

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук

На правах рукописи

УДК 669.245



**Галиева Эльвина Венеровна**

**ТВЕРДОФАЗНОЕ СОЕДИНЕНИЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА  
НА ОСНОВЕ  $Ni_3Al$  И ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА С  
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

Специальность 05.16.01 –

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук

Лутфуллин Рамиль Яватович

Уфа – 2021

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ .....	16
1.1 Структура, фазовый состав и свойства сплавов на основе никеля.....	16
1.1.1 Фазовый состав сплавов на основе никеля.....	18
1.1.2 Деформируемые, литейные и порошковые никелевые сплавы .....	23
1.2 Формирование ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры в дисперсионно-твердеющих никелевых сплавах и их влияние на сверхпластические свойства .....	31
1.2.1 Структурная сверхпластичность никелевых сплавов .....	31
1.2.2 Формирование мелкозернистой, ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры в никелевых сплавах.....	35
1.2.3 Использование сверхпластической деформации в технологических процессах изготовления деталей газотурбинных двигателей из жаропрочных сплавов.....	40
1.3 Методы получения неразъемных соединений из сплавов на основе никеля.....	45
1.3.1 Сварка плавлением.....	48
1.3.2 Диффузионная пайка .....	48
1.3.3 Методы и закономерности получения соединений в твердофазном состоянии .....	51
1.3.4 Сварка трением.....	54
1.3.5 Диффузионная сварка.....	57
1.3.6 Сварка давлением с использованием сверхпластичности .....	58
1.4 Термическая обработка жаропрочных сплавов на основе никеля.....	62
1.4.1 Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочных никелевых сплавов .....	62

1.4.2 Влияние термической обработки на структуру и свойства сварных соединений.....	64
1.5 Постановка цели и задач исследования .....	66
<b>ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ .....</b>	<b>68</b>
2.1 Обоснование выбора материалов для исследования .....	68
2.1.1 Деформируемые никелевые сплавы .....	69
2.1.2 Интерметаллидные сплавы на основе Ni <sub>3</sub> Al .....	71
2.1.3 Подготовка образцов для исследований .....	71
2.2 Механические испытания.....	72
2.2.1 Испытания на одноосное растяжение .....	72
2.2.2 Испытания на одноосное сжатие .....	73
2.2.3 Измерение микротвердости .....	73
2.3 Сварка давлением в условиях сверхпластичности .....	74
2.3.1 Моделирование сварки давлением .....	74
2.3.2 Сварка давлением в вакууме на установке ИМАШ 20-78.....	75
2.3.3 Сварка давлением в вакууме на установке Schenck Trebel.....	76
2.4 Термическая обработка.....	80
2.5 Методика оценки качества твердофазного соединения .....	80
2.6 Металлографический и электронно-микроскопический анализ.....	81
2.6.1 Оптическая микроскопия .....	81
2.6.2 Растровая электронная микроскопия .....	82
2.6.3 Просвечивающая электронная микроскопия .....	83
2.7 Определение размера зерен и объемной доли фаз.....	83
<b>ГЛАВА 3 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ ЭК61 и ЭП975 ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ.....</b>	<b>85</b>
3.1 Формирование ультрамелкозернистой структуры при деформационно-термической обработке никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975.....	85

3.1.1 Деформируемый никелевый сплав ЭК61 с упрочняющей фазой на основе $Ni_3Nb$ .....	85
3.1.2 Деформируемый никелевый сплав ЭП975 с упрочняющей фазой на основе $Ni_3(Al,Ti)$ .....	89
3.2 Влияние высокотемпературной деформации по схеме одноосного сжатия на микроструктуру и механические свойства сплавов ЭК61 и ЭП975 с ультрамелкозернистой структурой.....	92
3.2.1 Анализ изменений микроструктуры и свойств сплава ЭК61 .....	93
3.2.2 Анализ изменений микроструктуры и свойств сплава ЭП975.....	96
3.3 Исследование низкотемпературной сверхпластичности сплавов ЭК61 и ЭП975 с ультрамелкозернистой структурой при испытаниях на одноосное растяжение .....	98
3.3.1 Сверхпластичность сплава ЭК61.....	98
3.3.2 Сверхпластичность сплава ЭП975 .....	105
3.4 Выводы по главе 3 .....	107
<b>ГЛАВА 4 ПОЛУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ОДНОИМЕННЫХ ЭК61//ЭК61 И РАЗНОИМЕННЫХ ЭК61//ВКНА-МОНО СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ.....</b>	<b>108</b>
4.1 Сварка давлением образцов из деформируемого сплава ЭК61.....	108
4.1.1 Влияние исходной микроструктуры на формирование твердофазного соединения при сварке давлением одноименных сплавов ЭК61//ЭК61 .....	108
4.1.2 Исследование прочности сварных образцов из одноименных сплавов ЭК61//ЭК61 .....	112
4.2 Сварка давлением разноименных ЭК61//ВКНА-моно сплавов на основе никеля .....	114
4.2.1 Физическое и компьютерное моделирование сварки давлением разноименных сплавов на основе никеля ЭК61//ВКНА-моно .....	115
4.2.2 Микротвердость твердофазных соединений с различной формой рельефа из разноименных сплавов на основе никеля ЭК61//ВКНА-моно....	119

4.3 Выводы по главе 4.....	120
<b>ГЛАВА 5 ПОЛУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ РАЗНОИМЕННЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ ЭП975//ВКНА-25 И ЭП975//ВКНА-МОНО .....</b>	
5.1 Сварка давлением деформируемого сплава ЭП975 с литыми интерметаллидными сплавами ВКНА-25 и ВКНА-моно.....	122
5.2 Влияние исходной микроструктуры и температуры сварки давлением на формирование твердофазного соединения разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25.....	125
5.2.1 Особенности влияния исходной микроструктуры сплава ЭП975 на формирование твердофазного соединения ЭП975//ВКНА-25 .....	125
5.2.2 Влияние температуры сварки на структуру и фазовый состав твердофазных соединений из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 .....	129
5.3 Влияние степени деформации на формирование твердофазного соединения разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25.....	133
5.4. Выводы по главе 5.....	143
<b>ГЛАВА 6 ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СВАРНЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ РАЗНОИМЕННЫХ СПЛАВОВ ЭП975//ВКНА-25 .....</b>	
6.1 Анализ закономерностей влияния термической обработки на микроструктуру и фазовый состав твердофазных соединений из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 .....	145
6.2 Механические свойства сварных образцов из разноименных сплавов на основе никеля ЭП975//ВКНА-25 .....	159
6.3 Выводы по главе 6.....	166
<b>ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ .....</b>	<b>167</b>
Сокращения.....	169
Список литературы .....	170
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А .....</b>	<b>194</b>

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** Известно, что в авиационных газотурбинных двигателях (ГТД) широкое применение получили жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС), весовая доля которых достигает  $\sim 50\%$  [1-4]. Из ЖНС изготавливают детали камеры сгорания, рабочие и сопловые лопатки, диски турбины и другие важные узлы. ЖНС являются труднодеформируемыми и имеют низкую технологичную пластичность [5]. Поэтому для изготовления деталей, например, дисков ГТД, из таких сплавов целесообразно применение перспективной технологии сверхпластической деформации [5-7]. Диски ГТД относятся к числу наиболее ответственных деталей [8]. Конструирование рабочих колес высокотемпературных газовых турбин, основанное на применении разъемных замковых соединений лопаток с диском, ограничивает возможности совершенствования конструкций в направлении повышения ресурса, уменьшения массы и эффективности двигателя в целом. Следует также отметить, что рабочие колеса турбин работают в условиях неравномерного нагрева и нагружения. Требования к температурным условиям эксплуатации диска и рабочих лопаток различны. Лопатки подвержены воздействию более высоких температур и должны иметь более жаропрочные свойства [8, 9].

На сегодняшний день одной из актуальных проблем, решение которых обеспечивает прогресс в авиадвигателестроении, является разработка научно-обоснованных термомеханических режимов получения качественных твердофазных соединений (ТФС) из разноименных жаропрочных сплавов, в частности, на основе никеля, что необходимо для изготовления биметаллических деталей, например, типа «БЛИСК», представляющих собой цельный диск с лопатками [8-10]. Использование таких сварных конструкций в перспективных ГТД необходимо для снижения массы, экономии металла и обеспечения возможности изготовления изделий, оптимизированных по механическим свойствам для реальных условий их эксплуатации. В качестве материала для

лопаток детали типа «БЛИСК» перспективными являются интерметаллидные сплавы [9, 11-14], в том числе, типа ВКНА с монокристаллической структурой на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ , имеющие высокую температуру плавления (1365...1395 °С), характеризующиеся высокой жаропрочностью, жаростойкостью и более низкой плотностью ( $8\pm 0,1$  г/см<sup>3</sup>), чем поликристаллические никелевые сплавы [14].

Одним из возможных путей решения указанной проблемы получения качественного ТФС является сварка давлением (СД) в температурно-скоростном режиме сверхпластической деформации никелевых сплавов с мелкозернистой (МЗ) или ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой. Эффективность применения метода СД в условиях проявления структурной сверхпластичности (СП), как следует из научно-технической литературы, продемонстрирована на примере титановых сплавов, из которых изготавливают определенную номенклатуру деталей ГТД с высокими эксплуатационными характеристиками [7, 15].

**Степень разработанности темы исследования.** Анализ современных тенденций развития материалов и технологий, приведенный в обзоре литературы, свидетельствует, что изучению природы получения ТФС из одноименных и разноименных металлов и сплавов, в том числе на основе никеля, посвящено много работ, выполненных отечественными и зарубежными специалистами (Казаков Н.Ф., Каракозов Э.С., Ларионов Л.Н., Лукин В.И., Лутфуллин Р.Я., Люшинский А.В., Мусин Р.А., Сорокин Л.И., Murray W. Mahoney и др.).

Для получения неразъемных соединений применяются различные методы: диффузионная сварка, сварка трением, ротационная сварка, диффузионная пайка, сварка плавлением и др. Многие методы (сварка плавлением, холодная сварка, линейная сварка трением) неприменимы или имеют ограниченное применение для соединения никелевых сплавов с высоким содержанием Al и Ti. Методы диффузионной сварки и пайки предполагают проведение обработки соединяемых сплавов при температурах близких к температуре плавления. Одним из перспективных методов получения ТФС из высоколегированных, в том числе интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$ , является метод СД в условиях СП,

который осуществляется при более низких гомологических температурах. Применение этого метода позволяет исключить возникновение в зоне ТФС термических и фазовых напряжений и обеспечивает сохранение исходной структуры соединяемых материалов. Однако на момент постановки диссертационной работы, совершенно малоизученным оставался фундаментальный для технологии обработки материалов вопрос, связанный с возможностью использования сверхпластической деформации для получения надежных ТФС из одноименных и разноименных сплавов на основе никеля. В связи с вышеизложенным сформулирована цель настоящей диссертационной работы:

**Цель работы:**

Разработать научно-обоснованные режимы СД с использованием эффекта структурной СП для изготовления модельных образцов с ТФС между литыми монокристаллическими интерметаллидными сплавами типа ВКНА на основе  $Ni_3Al$  и деформируемыми поликристаллическими никелевыми сплавами ЭК61 и ЭП975.

Для достижения цели решались следующие частные **задачи**:

1. Установить режимы получения УМЗ структуры и ее влияние на проявление эффекта низкотемпературной СП в деформируемых никелевых сплавах ЭК61 и ЭП975 с различным типом упрочняющей фазы:  $\gamma''-Ni_3Nb$  и  $\gamma'-Ni_3(Al,Ti)$ , соответственно.
2. Провести физическое и компьютерное моделирование СД литых монокристаллических сплавов типа ВКНА с деформируемыми сплавами ЭК61 и ЭП975.
3. Изучить влияние исходной структуры сплава ЭП975 на формирование ТФС при СД со сплавом ВКНА-25.
4. Исследовать влияние температуры и степени деформации на микроструктуру, изменение фазового состава в зоне ТФС и свойства сварных соединений литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 с деформируемым сплавом ЭП975.

5. Оценить влияние термической обработки (ТО) на микроструктуру и свойства ТФС из литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 с деформируемым сплавом ЭП975.

**Научная новизна:**

1. На примере деформируемых никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975 с различным типом упрочняющей фазы  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb и  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al, Ti), соответственно, показано, что низкотемпературной деформационно-термической обработкой (ДТО) возможно формирование УМЗ структуры смешанного типа, которая включает УМЗ составляющую с размером зерен матрицы ( $\gamma$ -фазы) и второй фазы менее 1 мкм, а также крупные некогерентные частицы второй фазы размером до  $2\pm 0,5$  мкм в сплаве ЭК61 и  $4,5\pm 1,2$  мкм в сплаве ЭП975, унаследованные от МЗ структуры дуплексного типа. Показано, что сплавы со смешанной УМЗ структурой проявляют эффект низкотемпературной СП. Максимальные характеристики СП ( $m\geq 0,4$ ,  $\delta > 1000\%$ ) выявлены в сплаве ЭК61 при  $T=800\dots 850$  °С, а в сплаве ЭП975 при  $T=950$  °С.

2. Впервые проведены системные исследования влияния сверхпластической деформации на твердофазную свариваемость одноименных и разноименных сплавов на основе никеля. Получены качественные ТФС литых интерметаллидных сплавов типа ВКНА на основе Ni<sub>3</sub>Al с деформируемыми никелевыми сплавами ЭК61 и ЭП975 в условиях проявления в них высокотемпературной и низкотемпературной структурной СП.

3. Впервые изучено влияние исходной микроструктуры, температуры и степени деформации на формирование качественного ТФС при СД разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25. Создание УМЗ структуры в сплаве ЭП975 позволяет снизить температуру СД до 950 °С. Показано, что в случае применения сплава ЭП975 с МЗ структурой повышение температуры СД с 1075 до 1175 °С приводит к формированию практически беспористого ТФС. Увеличение степени деформации от 24 до 40% приводит к формированию извилистой границы соединения в

результате локализации деформации в зоне ТФС и повышению прочностных характеристик сварных соединений.

4. Установлены закономерности формирования градиентных структур в зоне ТФС разноименных жаропрочных сплавов на основе никеля при СД в условиях СП и последующей ТО. Термическая обработка приводит к расширению диффузионной зоны в 2...4 раза и повышению прочности ТФС разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 на 6...30%.

**Теоретическая и практическая значимость.** Теоретическая значимость заключается в том, что результаты проведенных в работе исследований расширяют представления о влиянии сверхпластической деформации при пониженных температурах на формирование соединений в твердом состоянии из жаропрочных сплавов на основе никеля. Полученные в работе экспериментальные данные доказывают эффективность метода сварки давлением с использованием сверхпластической деформации и последующей термической обработки для получения качественных ТФС между интерметаллидными монокристаллическими сплавами на основе  $Ni_3Al$  и жаропрочными никелевыми сплавами. В зависимости от режимов СД достигается прочность сварных образцов на уровне  $\sim (0,6...1) \sigma_B$  относительно прочности интерметаллидного сплава.

Практическая значимость заключается в том, что результаты проведенного в рамках диссертационной работы физического и компьютерного моделирования СД разноименных никелевых сплавов в условиях СП явились основой для разработки способа получения ТФС из литого монокристаллического интерметаллидного сплава на основе  $Ni_3Al$  и деформируемого дисперсионно-твердеющего жаропрочного никелевого сплава, на который выдан патент РФ №2608118 «Способ изготовления биметаллического изделия». Это изобретение может найти применение в авиадвигателестроении при изготовлении изделий, в которых предусмотрено использование неразъемных соединений из упомянутых материалов, в частности, при изготовлении деталей типа «БЛИСК» для

авиационных и вертолетных ГТД нового поколения, а также наземных энергетических установок.

Усовершенствована методика СД, позволяющая уменьшить окисление соединяемых поверхностей и повысить вакуум до  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па, что обеспечивает получение качественного ТФС из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25.

Разработаны технологические рекомендации Инв. № ТР. 49 ИНЕБ-21 ИПСМ РАН по подготовке УМЗ структуры в сплавах ЭК61 и ЭП975.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Результаты механических испытаний и выявленный эффект низкотемпературной СП в сплавах ЭК61 и ЭП975 со смешанной УМЗ структурой.
2. Результаты компьютерного и физического моделирования СД в условиях СП одноименных и разноименных никелевых сплавов.
3. Результаты экспериментов, доказывающие принципиальную технологическую возможность получения качественных ТФС между литыми сплавами типа ВКНА и деформируемыми сплавами ЭП975 и ЭК61.
4. Экспериментальные данные по влиянию исходной микроструктуры сплава ЭП975, температуры и степени деформации на формирование и качество ТФС между литым интерметаллидным сплавом ВКНА-25 и деформируемым сплавом ЭП975.
5. Экспериментальные данные по влиянию термической обработки на механические свойства сварных образцов из разноименных сплавов на основе никеля в сочетании ЭП975//ВКНА-25.

**Апробация результатов работы.** Результаты диссертационной работы представлены, доложены и обсуждены на следующих научно-технических конференциях и рассмотрены на конкурсах:

1. ЛП Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», Россия, г. Уфа, 2012 г.
2. Открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы», Россия, г. Уфа, 2012, 2014, 2016, 2018 и 2020 гг. В

2016 году устный доклад диссертанта был признан лучшим среди молодых ученых и отмечен оргкомитетом конференции соответствующим дипломом.

3. Международная научно-инновационная молодежная конференция «Современные твердофазные технологии: теория, практика и инновационный менеджмент» Россия, г. Тамбов, ТГТУ, 2013, 2015, 2016 гг. В 2016 году устный доклад диссертанта был признан лучшим среди молодых ученых и отмечен оргкомитетом конференции соответствующим дипломом.

4. Международная конференция - XII International Conference on Nanostructured Materials (NANO 2014); Россия, Москва, МГУ им. Ломоносова, 13-18 июля 2014 г.

5. XIII Международная конференция «Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов», Россия, г. Екатеринбург, 2014 г., ИФМ УРО РАН.

6. Международная конференция The 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2015), Япония, г. Токио, 2015 г. За победу в конкурсе на лучшую научную работу среди молодых ученых, организованной «The Light Metal Educational Foundation Award», диссертант награждена дипломом.

7. VI Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», 2015 г, Россия, Москва.

8. Всероссийская научно-техническая конференция «АВИАДВИГАТЕЛИ XXI ВЕКА», Россия, г. Москва, 24-27 ноября 2015 г., ФГУП «ЦИАМ им. П.И. Баранова».

9. Научно-техническая конференция молодых специалистов ПАО «УМПО» 2016 и 2017 гг. В 2017 г. за устный доклад в секции «Металлургия и сварочное производство» диссертант награждена дипломом за второе место в конкурсе лучших докладов молодых ученых.

10. Диссертант награждена в 2017 г. году дипломом за 1 место в Конкурсе регионального отделения Общероссийской общественной организации «Российский союз молодых ученых» за лучшую научную работу молодых ученых вузов и научных учреждений Республики Башкортостан.

11. The 13th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2018), Россия, г. Санкт-Петербург, 2018 г.
12. Международная конференция YUCOMAT and WRTCS 2019, г. Херцег-Нови, Черногория, 2-6 сентября 2019 г.
13. Диссертант является лауреатом в молодежной номинации «Премия ВОИР – 2019» за создание изобретения, на который выдан патент РФ №2608118.

**Личный вклад автора.** Диссертант выполнила самостоятельно основную экспериментальную работу, а также принимала непосредственное участие в экспериментах по сварке давлением, обсуждении и постановке цели и задач работы, анализе, обработке и интерпретации полученных данных, в подготовке публикаций и представлении наиболее значимых результатов на российских и международных конференциях, а также лично участвовала в патентовании метода СД в условиях СП разноименных никелевых сплавов (патент РФ №2608118).

**Методология и методы исследования.** В соответствии с поставленными целью и задачами при выполнении диссертационной работы был использован методологический подход, заключающийся в использовании сверхпластической деформации для получения ТФС из одноименных и разноименных сплавов. При выполнении работы применялись апробированные методы исследования: просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), растровая электронная микроскопия (РЕМ), оптическая металлография (ОМ), механические испытания на сжатие и растяжение, а также измерение микротвердости. ДТО деформируемых сплавов проводилась с использованием схемы всесторонней изотермическойковки (ВИК). СД образцов из исследуемых сплавов осуществлялась в вакууме на установке «АЛА-ТОО (тип ИМАШ 20-78)». Основные эксперименты по СД образцов в герметичном контейнере, в котором обеспечивалось вакуумирование ( $P=10^{-1} \dots 10^{-2}$  Па) были проведены на разработанной при участии диссертанта оригинальной установке УВСД-1 для высокотемпературной (до 1250 °С) СД, включающей высокотемпературную печь, бойки из интерметаллидного сплава типа ВКНА, систему охлаждения датчика нагрузки испытательной машины Schenck Trebel типа RMS100.

**Достоверность результатов диссертационной работы** основана на использовании ряда независимых современных методов исследования микроструктуры и свойств сплавов. Экспериментальная работа выполнена на научно-исследовательском оборудовании Центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов». Механические испытания проводились с применением аттестованного экспериментального оборудования на образцах одинакового типа и размера. Оценка параметров микроструктуры и механических свойств проводилась с использованием методов статистической оценки погрешности измерений, а также соответствием полученных экспериментальных результатов данным российских и зарубежных специалистов.

Диссертационная работа выполнялась в рамках Госзадания ИПСМ РАН № АААА-А17-117041310221-5 «Разработка научных основ перспективных технологий изготовления полых и жестких металлических конструкций с использованием СД и сверхпластического формообразования и их диагностики», а также в рамках выполнения грантов: 1) РФФИ № 13-08-12200 офи\_м «Исследование природы формирования твердофазного соединения интерметаллидного сплава на основе  $Ni_3Al$  с жаропрочным сплавом ЭП975 при термомеханическом воздействии и его влияние на физико-механические и эксплуатационные характеристики» (2013-2015 гг.); 2) РФФИ № 14-08-97061 р\_поволжье\_а «Физическое и экспериментальное моделирование влияния профиля поверхности на качество твердофазного соединения жаропрочных сплавов на основе никеля и титана с монокристалльным сплавом на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ » (2014-2016 гг.); 3) РФФИ № 17-38-50060 мол\_нр «Установление закономерностей формирования твердофазного соединения монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА-25 на основе  $Ni_3Al$  с деформируемым никелевым сплавом ЭП975 в зависимости от условий сварки давлением» - основной исполнитель; 4) РФФИ № 18-19-00685 (2018-2020 гг.) «Сверхпластичность гетерофазных никелевых сплавов с ультрамелкозернистой и нанокристаллической

структурой и ее использование в технологических процессах изготовления биметаллических деталей ГТД» - основной исполнитель.

**Публикации.** Все основные материалы диссертации в полной мере изложены в 27 печатных работах: 20 статей опубликовано в рецензируемых журналах, из них 14 статей, в журналах рекомендованных ВАК, 12 статей в журналах, индексируемых в международной базе данных Scopus, 8 статей в журналах, индексируемых в международной базе данных Web of Science, одна из которых опубликована в зарубежном научном журнале с квартилем Q1; 5 статей в сборниках материалов конференций, входящих в базы данных РИНЦ; технологические рекомендации Инв. № ТР. 49 ИНЕБ-21 ИПСМ РАН; патент РФ №2608118 на изобретение.

**Благодарности.** Автор выражает благодарность научному руководителю д.т.н. Лутфуллину Р.Я. и коллегам ИПСМ РАН за ценные рекомендации при обсуждении результатов проведенных экспериментов, а также сотрудникам ИМЕТ РАН д.т.н. Поваровой К.Б., к.т.н. Дроздову А.А. и ВИАМ к.т.н. Базылевой О.А., к.т.н. Аргинбаевой Э.Г. за плодотворное сотрудничество и обсуждение результатов, связанных со сваркой давлением деформируемых сплавов с интерметаллидными сплавами на основе  $Ni_3Al$ .

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов и списка литературы из 194 наименований. Общий объем диссертации составляет 195 страниц, в том числе 82 рисунка, 9 таблиц, 1 приложение

## ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1 Структура, фазовый состав и свойства сплавов на основе никеля

ЖНС – сложнолегированные сплавы на никелевой основе, с присадками хрома и ряда других легирующих элементов (Cr, Mo, W, V, Al, Ti, Nb, C, B, Ce, Hf и др.), обладающие высоким сопротивлением пластической деформации и разрушению при действии высоких температур и окислительных сред [1-4, 8, 11, 16].

В современных газотурбинных двигателях ~50% деталей изготавливаются из сплавов на основе никеля [3, 4, 8, 11], которые работают в самых горячих зонах ГТД (Рисунок 1.1 а). Например, из ЖНС изготавливают рабочие и сопловые лопатки, диски ротора турбины, детали камеры сгорания и т. п. [17-22] (Рисунок 1.1 а). ЖНС отличаются своей уникальной способностью работать в условиях экстремально высоких температур, окисления и горячей коррозии, присущих для газовых турбин [1-4, 20-25]. Сплавы на основе никеля обладают повышенными механическими свойствами, которые превосходят по аналогичным характеристикам другие применяемые сплавы (Рисунок 1.1 б), например, на основе железа и титана. В работе [11] отмечено, что интерметаллидные сплавы на основе TiAl (Рисунок 1.1 б) обладают высокой удельной прочностью в интервале температур 150...600 °С, однако монокристаллические суперсплавы на основе никеля обладают более высокими свойствами при повышенных температурах вплоть до 1200...1250 °С.

Благодаря способности никеля растворять в себе значительное количество легирующих элементов при высоких температурах, ЖНС имеют сложный химический состав (до 15 различных легирующих элементов, включая редкоземельные металлы) [2, 16]. В состав современных ЖНС входят дорогие редкоземельные легирующие металлы, такие как рений и рутений, повышающие температуру эксплуатации сплавов [12, 26-31].

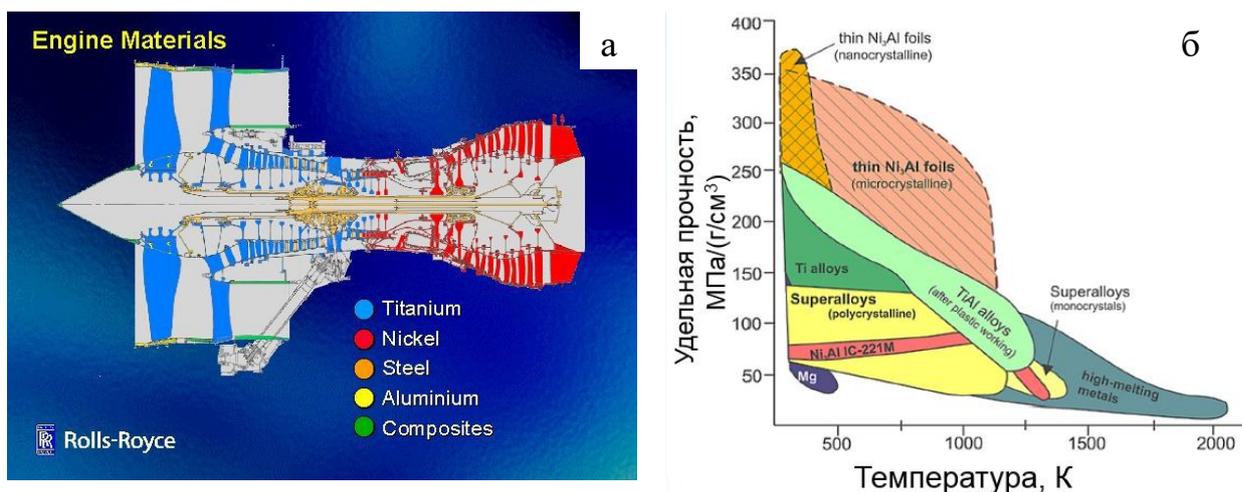


Рисунок 1.1 – Материалы (а), применяемые в ГТД [4], и зависимости удельной прочности (б) различных сплавов от температуры [11]

Разработанная в 50-е годы прошлого века С.Т. Кишкиным теория жаропрочности сплавов [1] базируется на 3 постулатах:

1) формирование гетерофазной структуры в результате выделения упрочняющих дисперсных частиц  $\gamma'$ -фазы на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ , а также карбидов и боридов;

2) высокая термическая стабильность фаз благодаря введению тугоплавких элементов W, Mo, Co, а также редкоземельных металлов Re, Ru подавляющих диффузию и обеспечивающих твердорастворное упрочнение при повышенных температурах;

3) наряду с высокой прочностью структура границ зерен должна способствовать релаксации напряжений, возникающих при скоплении дислокаций, а выделения, расположенные по границам зерен, должны предупреждать проскальзывание зерен друг относительно друга [31]. Сегрегации таких элементов как В и С способствуют повышению межкристаллитной прочности в результате замедления диффузионных процессов по границам зерен, затруднения образования пор и проскальзывания зерен [3, 32].

Технология изготовления деталей из жаропрочных сплавов неотделима от технологии получения самого сплава и, в основном, определяет уровень свойств и максимальную рабочую температуру [12]. Развитие турбостроения во многом

обусловлено успехами в создании новых жаропрочных сплавов с заданными свойствами. Однако, легирование сплавов тугоплавкими элементами и рением привело к повышению их плотности [1, 26-28, 31].

### *1.1.1 Фазовый состав сплавов на основе никеля*

На основе анализа данных, приведенных в работах [1-3, 8, 32, 33], рассмотрим важнейшие фазы, которые встречаются в сплавах на никелевой основе:

*γ-фаза* – является основой никелевых сплавов (матрицей), имеющей гранцентрированную кубическую (г.ц.к.) решетку. Твердорастворное упрочнение обеспечивается за счет введения легирующих элементов, отличающихся атомным диаметром (Co, Fe, Cr, Mo, W, V). Следует отметить, что тугоплавкие элементы, например, W, Mo вносят наибольший вклад в упрочнение, а другие элементы такие как Cr, Fe, Ti, Co и V являются слабыми упрочнителями [2, 16]. Основным эффектом от введения вышеперечисленных элементов проявляется в подавлении процесса перемещения дислокаций, контролируемого самодиффузией атомов никеля. Благодаря этому достигается повышение длительной прочности твердого раствора при высоких температурах. Среди ЖНС выделяют группу железоникелевых сплавов, в которых в матрице, кроме перечисленных элементов, сбалансировано содержание железа и никеля [3].

#### *Интерметаллидные фазы*

Механизм упрочнения интерметаллидными фазами заключается в затруднении образования и движения дислокаций этими частицами. Для того чтобы дислокации могли преодолевать частицы, расстояние между которыми равно  $l$ , необходимо напряжение сдвига  $\tau$  [34]:

$$\tau \approx \alpha Gb/l, \quad (1)$$

где  $G$ - модуль сдвига;

$b$ - модуль вектора Бюргера дислокаций;

и  $\alpha$ - коэффициент порядка единицы.

Чем меньше размер частицы, тем больше их содержание, и чем более равномерно они распределены в сплаве, тем выше напряжение  $\tau$ . Поэтому для достижения максимальной жаропрочности сплавов добиваются, чтобы упрочняющая фаза состояла из когерентных наноразмерных частиц [1, 3]. Технологическая пластичность никелевых сплавов во многом обусловлена химическим составом, особенно содержанием основных  $\gamma'$ -образующих элементов Al и Ti, оказывающим решающее влияние на количество упрочняющей  $\gamma'$ -фазы и температуру ее полного растворения ( $t_s$ ).

$\gamma'$ -фаза – интерметаллидное соединение  $Ni_3(Al,Ti)$ , имеет г.ц.к. решетку, упорядоченную структуру  $L1_2$  типа. Основными  $\gamma'$ -образующими элементами являются Al и Ti. После высокотемпературного нагрева (выше температуры растворения  $\gamma'$ -фазы) и последующего низкотемпературного старения в теле крупных зерен  $\gamma$ -фазы выделяются когерентные мелкодисперсные (размером  $\sim 0,1 \dots 0,2$  мкм) частицы упорядоченной  $\gamma'$ -фазы. Благодаря такой обработке обеспечиваются высокие жаропрочные свойства никелевых сплавов. Важно отметить, что параметр несоответствия (мисфит) между  $\gamma$  и  $\gamma'$  фазами незначительный ( $0 \dots 1,5\%$ ) [27, 35], что обеспечивает высокую термическую стабильность структуры жаропрочных никелевых сплавов при эксплуатационных температурах ( $650 \dots 850$  °C).

В наиболее жаропрочных сплавах при ТО выделяется до  $55 \dots 60\%$   $\gamma'$ -фазы, что обеспечивается высоким содержанием Al и Ti (до  $6 \dots 10\%$ ). В таком случае плотность распределения частиц увеличивается, а расстояние между ними уменьшается. Это обстоятельство приводит к затруднению внутризеренного дислокационного скольжения при ползучести [2]. Важно отметить, что к жаропрочным никелевым сплавам предъявляются требования не только по жаропрочности, но и по пластичности. Поэтому при выборе режима ТО в зависимости от химического состава конкретного сплава назначают такой режим, который позволяет получить оптимальный размер когерентных выделений  $\gamma'$ -фазы, но не превышающий  $0,4$  мкм, согласно [2].

В ряде случаев в низколегированных сплавах, например, ХН77ТЮ (ЭИ437), а также деформируемом железоникелевом сплаве А-286 (2,1%Ti и 0,3%Al) возможно превращение кубоидных частиц  $\gamma'$ -фазы в разупрочняющие пластинчатые выделения  $\eta$ -фазы при длительном низкотемпературном отжиге при  $T=650\dots 800\text{ }^\circ\text{C}$  [2, 3].  $\eta$ -фаза – представляет собой интерметаллидное соединение  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  в двойной системе Ni-Ti (Рисунок 1.2), имеющее гексагональную кристаллическую решетку [1, 2]. Одним из наиболее эффективных методов исключения нежелательной реакции превращения  $\gamma'$  в  $\eta$ -фазу ЖНС дополнительно вводят микродобавки бора [1, 3]. Необходимо отметить, что  $\gamma'$ -фаза не может превращаться в другие соединения типа  $\text{Ni}_3\text{X}$ , в том числе в  $\eta$ -фазу, если она содержит только Al или его достаточно большое количество.

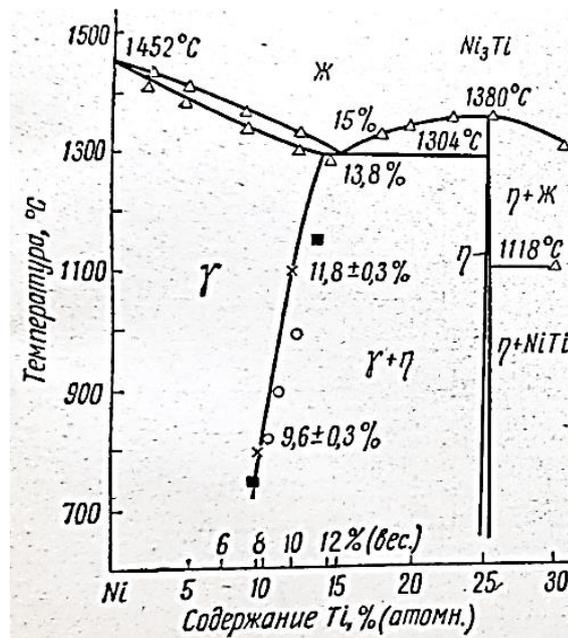


Рисунок 1.2 – Диаграмма состояния системы Ni-Ti [2]

$\gamma''$ -фаза интерметаллидное соединение  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ , имеет объемноцентрированную тетрагональную (о.ц.т.) решетку с упорядоченной структурой типа  $\text{DO}_{22}$ . Эта фаза, согласно [3], является метастабильной, поскольку в процессе длительного старения при повышенной температуре (более  $650\text{ }^\circ\text{C}$ ) трансформируется в  $\delta$ -фазу ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ,

орторомбическая решетка) [3], поэтому при  $T > 650$  °C может произойти ухудшение свойств сплавов, упрочняемых  $\gamma''$ -фазой, например, в сплаве Inconel 718. Фаза  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) – это термодинамически устойчивая форма метастабильной  $\gamma''$ -фазы.  $\delta$ -фаза образуется в интервале 650...980 °C и имеет пластинчатую форму с орторомбической решеткой (Рисунок 1.3).

*Карбиды.* Углерод добавляют в небольших количествах  $\sim 0,05\text{...}0,2\%$ . Основными карбидообразующими (карбид типа MC) элементами являются Ti, Ta и Hf. Карбиды типа MC при термической обработке, а также в процессе эксплуатации, такие могут распадаться и преобразовываться в карбиды типа  $\text{M}_6\text{C}$  и/или  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Указанные карбиды выделяются преимущественно по границам зерен [3]. Например, карбиды типа  $\text{Me}_{23}\text{C}_6$ , выделяющиеся после старения по границам зерен, имеют преимущественно глобулярную форму, затрудняют межзеренное проскальзывание и тем самым благоприятно влияют на длительную прочность ЖНС [2, 3].

*Боридные фазы.* Диаметр атомов бора меньше диаметра легирующих элементов и небольшие добавки бора образуют боридные фазы, которые сегрегируют в основном по границам зерен. В обеспечении структурной стабильности важную роль играют также границы зерен, их строение и свойства. Такие фазы способствуют повышению межкристаллитной прочности в результате замедления диффузионных процессов по границам зерен, образования пор и проскальзывания зерен [2, 3, 33]. Выделения, расположенные по границам зерен, должны предупреждать проскальзывание зерен друг относительно друга. Введение бора обеспечивает пластичность ЖНС за счет совместной сегрегации с никелем на границах зерен и формирования там слоев с разупорядоченной структурой [28], а также оказывает благоприятное влияние на характеристики ползучести ЖНС [3]. Таким образом, небольшие добавки бора оказывают положительное влияние на характеристики жаропрочности.

В ряде случаев из-за недостаточно тщательной оптимизации химического состава сплава, а также в процессе ТО или при эксплуатации могут образовываться

нежелательные фазы (топологически плотноупакованные (ТПУ)  $\sigma$ - и  $\mu$ -фазы) [3]. Такие фазы, например, ТПУ фазы могут иметь форму ровных пластин и часто образуются по границам карбидных выделений. Особая опасность заключается в том, что в тех местах, где происходит выделение ТПУ фаз, твердый раствор обедняется тугоплавкими элементами, что неизбежно приводит к разупрочнению сплава [3, 29] и снижению характеристик длительной прочности и пластичности.

В таблице 1.1 приведен химический состав ряда широко используемых отечественных и зарубежных ЖНС [3, 4].

Таблица 1.1 – Химический состав жаропрочных никелевых сплавов

Сплавы	Состав основных легирующих элементов, % по массе										
	C	Cr	W	V	Mo	Al	Ti	Fe	Nb	Co	B
Российские сплавы											
ЭК61	0,04	16,6	-	0,5	3,86	0,99	0,78	15,03	4,99	-	0,002
ЭК79	0,08	11	2,5	0,6	4,5	3,0	2,8	1	0,05	14	0,01
ЭП742	0,04	14,1	-	-	4,99	2,39	2,5	0,36	2,62	10,1	0,01
ЭП962	0,1	13,0	2,8	0,4	4,63	3,22	2,64	0,58	3,44	10,7	0,01
ЭП975	0,08	8,4	10,3	-	1,04	4,72	2,24	0,5	1,55	15,8	0,02
ЖС6У	0,17	8,3	10,3	-	1,8	5,55	2,45	-	1,0	9,8	-
ЖС6КП	0,15	10,4	3,8	-	5,2	3	4,5	0,2	-	8,5	0,02
ЭП741НП	0,04	9	5,6	-	3,9	5,1	1,8	-	2,6	15,8	0,01
Зарубежные сплавы											
Inconel 718	0,05	19	-	-	3,1	0,5	1,0	18	5,1	-	-
Astroloy	0,06	15		-	5,3	4,0	3,5	-	-	17	0,03
Rene95	0,08	13,3	4,3	-	3,9	3,3	2,4	-	3,9	8,7	0,01
Rene88	0,03	15,1	5,2	-	5,0	2,2	3,7	-	1,3	13,5	0,01
IN100	0,07	12,4	-	-	3,2	4,9	4,3	-	-	18,4	0,02

### 1.1.2 Деформируемые, литейные и порошковые никелевые сплавы

В зависимости от метода производства ЖНС могут быть литейными, деформируемыми и гранульными (порошковыми). В отечественной авиационной промышленности представителями *порошковых сплавов* являются, например, широко используемый гранульный сплав ЭП741НП. Другой сплав - ЭП975П (разработан на основе деформируемого никелевого сплава ЭП975) предназначен для изготовления дисков ГТД. Такие сплавы получают методом гранульной металлургии, который включает метод вращающегося электрода для распыления расплавленного сплава на гранулы, горячее изостатическое прессование и термообработку компактированных заготовок [30, 36, 37]. Эти сплавы обладают высокими жаропрочными свойствам, имеют ряд преимуществ по сравнению с деформируемыми сплавами, такие как однородность по химическому и фазовому составу. Однако, изготовление порошковых материалов требует более внимательного контроля за примесями, неметаллическими включениями, порами и подобного рода дефектами, которые могут сегрегировать и/или возникать между порошинками и значительно ухудшать свойства. Также существенным недостатком является высокая себестоимость деталей из-за необходимости проведения дорогостоящих технологических операций [3]. Альтернативным, конкурентноспособным вариантом изготовления ЖНС является метод изготовления *деформируемых сплавов*, включающий литье в вакууме с последующей деформацией (гидропрессование, ковка и др.) [1, 3]. Этот метод экономически более выгодный, чем метод порошковой металлургии.

В зависимости от содержания легирующих элементов Al, Ti, Nb, участвующих в образовании интерметаллидных фаз, а также содержания Fe, как известно [1-3], деформируемые сплавы можно разделить на две группы дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов: 1) никельжелезные сплавы типа Inconel 718 (российский аналог ЭК61, содержание никеля более 50%), упрочнение достигается за счет выделения метастабильной  $\gamma''$ -фазы ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ); 2) никелевые

сплавы типа Rene95 (российский аналог ЭП962), упрочнение достигается за счет выделения  $\gamma'$ -фазы  $\{Ni_3(Al,Ti)\}$ .

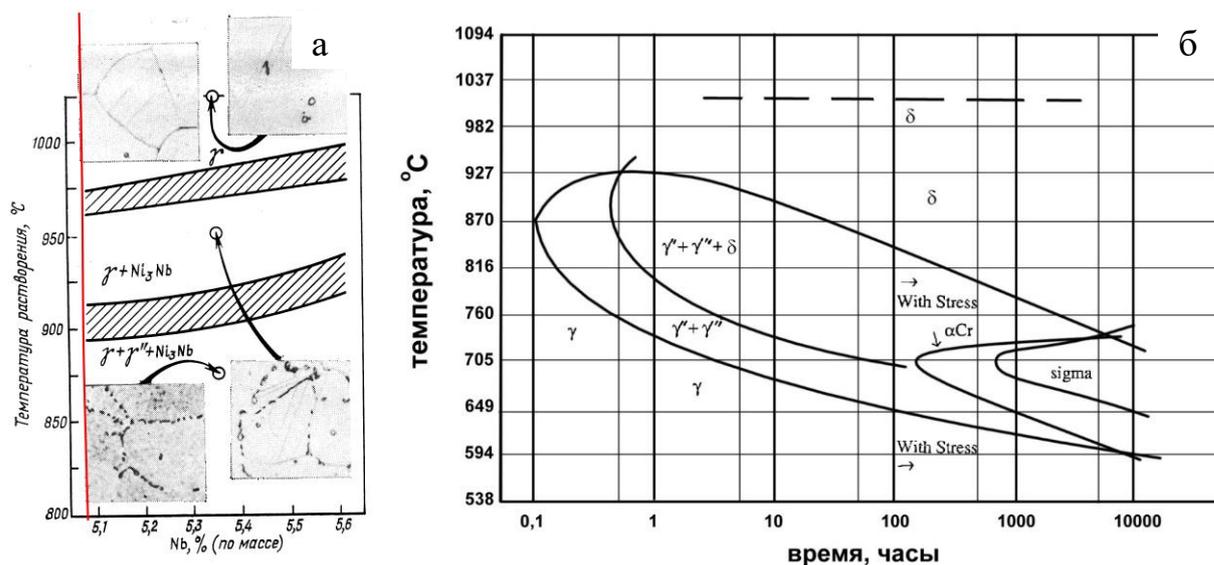


Рисунок 1.3 – Диаграмма состояния системы Ni – Nb (а) [3] и С-образная диаграмма для сплава Inconel 718(б) [38]

При охлаждении из  $\gamma$ -твердого раствора, имеющего г.ц.к. решетку, выделяется когерентная  $\gamma'$ -фаза (Рисунок 1.4), дополнительно упрочняющая матрицу, либо наряду с  $\gamma'$ -фазой выделяется полуккогерентная  $\gamma''$ -фаза (Рисунок 1.3), в зависимости от химического состава сплава. Содержание  $\gamma'$ -фазы в наиболее сложнoleгированных сплавах достигает до 55...60%.

Процесс структурообразования в ЖНС при деформационной и термической обработке во многом определяются разной природой упрочняющих  $\gamma''$ - и  $\gamma'$ -фаз, их морфологией и кинетикой выделения. В частности, в сплаве Inconel 718  $\gamma$ -фаза (матрица) и упрочняющая неизоморфная  $\gamma''$ -фаза имеют разные кристаллические решетки, соответственно г.ц.к. и о.ц.т. [3]. По-видимому, поэтому распаду твердого раствора предшествует достаточно большой инкубационный период (10-15 мин, Рисунок 1.3 б). Данное обстоятельство способствует повышению технологической

пластичности сплава Inconel 718, и, в частности, позволяет осуществлять ковку материала в условиях его подстуживания при контакте с более холодным деформирующим инструментом [3, 39]. В другом сплаве, например, ЭП962 упрочняющая  $\gamma'$ -фаза изоморфна  $\gamma$ -фазе, то есть обе фазы имеют одинаковый тип г.ц.к. решетки. Параметр несоответствия решеток  $\gamma/\gamma'$ -фаз (мисфит) незначительный, в пределах 0,1-0,2% [27, 40]. Очевидно поэтому в таких сплавах при охлаждении сплавов ниже линии сольвуса  $\gamma'$ -фаза выделяется практически мгновенно [41]. Это обстоятельство, по-видимому, является одной из основных причин низкой технологической пластичности ЖНС, в которых основной упрочняющей фазой является  $\gamma'$ -фаза на основе интерметаллида  $Ni_3(Al,Ti)$ .

Отечественный деформируемый сплав ЭК61 (ХН58МБЮД) является типичным представителем ЖНС, упрочняемых  $\gamma''$ -фазой. Этот сплав является аналогом зарубежного сплава Inconel 718, который согласно работе [3] относится к железоникелевым сплавам из-за высокого содержания железа, хотя в сплаве ЭК61 содержание никеля составляет более 50%. Сплав ЭК61 предназначен для изготовления крупногабаритных штамповарных конструкций энергетических установок, эксплуатируемых в интервале температур - 253 до 750 °С [42-44]. В нем после старения выделяется  $\gamma''$ -фаза, однако она метастабильна и склонна к преобразованию в термически стабильную  $\delta$ -фазу. Кроме того, в этом сплаве возможно образование небольшого количества наноразмерных когерентных частиц  $\gamma'$ -фазы [42, 44].

Представителями современных деформируемых отечественных ЖНС, упрочняемых  $\gamma'$ -фазой, являются широко используемый в авиадвигателестроении сплав ЭП975, а также новый сплав ВЖ175 предназначенный для изготовления дисков ГТД. Рабочие температуры указанных сплавов составляют 750...975 °С [12, 22]. Разработанные в России дисковые сплавы по основным служебным жаропрочным характеристикам находятся на уровне лучших современных зарубежных сплавов, либо превышают их (например, по длительной прочности при 750 °С) [12]. На сегодняшний день сплав ЭП975-ИД (разработан во ФГУП

«ВИАМ»), применяемый для изготовления дисков турбины (длительно при температуре 850 °С, и кратковременно с нагревом до 975 °С), до сих пор не имеет аналогов по уровню длительной прочности как в России, так и за рубежом [22]. Сплав ЭП975 по своим параметрам превосходит существующие опытные и серийные сплавы, а по составу близкий к сплаву ЖС6У [30]. Сплав ЭП975 предназначен для изготовления дисков турбин и компрессоров высокого давления ГТД [18, 22, 45], а также используется для изготовления малоразмерных роторов турбин вспомогательных силовых установок, например, ТА-14.

Более жаропрочными сплавами, чем, например, деформируемые, являются *литейные сплавы*, которые, как правило, используются в качестве лопаток [1-3, 16, 17, 26, 28, 30, 31, 46, 47]. Они обладают более высокими жаропрочными свойствами по сравнению с деформируемыми из-за возможности введения легирующих элементов в больших концентрациях.

Как известно [1, 8, 18], диски и лопатки ГТД, при эксплуатации находятся в условиях деформационного и термического влияния. Вследствие этого в них возникают значительные растягивающие, изгибные и термические напряжения. Так в диске в процессе его работы возникает градиент температуры в радиальном направлении: в наиболее нагретой зоне – ободке температура составляет 650 °С, а в перспективных ГТД может достигать 850 °С [17,18, 22]. Лопатки способны работать при забросах температур >1100 °С [9, 26].

Такие уникальные свойства и способность работать при высоких температурах достигаются благодаря наличию в них, как было отмечено ранее, до 15 легирующих элементов, в том числе редкоземельных металлов, таких как рений и рутений. Создание методом направленной кристаллизации одноосной или монокристаллической структуры позволяет достичь максимальные характеристики жаропрочности [8, 26, 27, 46]. Недостатком современных наиболее жаропрочных высоколегированных ЖНС типа ЖС-26 и ЖС-32, применяемых в современных авиационных и стационарных газовых турбинах для изготовления лопаток, является высокая плотность до 8,6-9,2 г/см<sup>3</sup> [8, 26, 31] из-за наличия в них тугоплавких (Re, W, Mo, Nb, Ta) и благородных металлов (Ru, Ir). Это

обстоятельство послужило толчком для поиска и создания более легких, но при этом более жаропрочных сплавов.

Привлекательными сплавами, которые отвечают указанным требованиям, являются интерметаллидные сплавы на основе Ni [1, 9, 11-14, 28, 46, 48-55]. Начиная с 70-х годов прошлого века в ВИАМе активно велись работы по созданию семейства новых особо жаропрочных сплавов на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ . Следует отметить, что академик С.Т. Кишкин является основоположником научного направления создания интерметаллидных сплавов [1]. Такие сплавы на основе  $Ni_3Al$  привлекают внимание исследователей как конструкционные материалы лопаток газотурбинных двигателей, предназначенных для работы при температурах, превышающих рабочие температуры лопаток из никелевых суперсплавов. В таблице 1.2 приведены составы сплавов на основе  $\gamma'$ -фазы ( $Ni_3Al$ ) типа ВКНА [13, 49, 52-58] и их зарубежных аналогов [11, 59].

Следует отметить, что работы по разработке интерметаллидных сплавов типа ВКНА, оптимизации их химического состава, а также внедрению их в производство проводится сотрудниками ФГУП «ВИАМ» совместно с ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, а также рядом моторостроительных заводов отрасли [14, 49, 54-58].

В статье авторов [49] отмечено, что литейные жаропрочные материалы нового поколения - сплавы типа ВКНА на основе интерметаллидов  $Ni_3Al$ , представляют собой естественные эвтектические композиты ( $\gamma'$ - $Ni_3Al + \gamma$ -Ni) [57]. Указанные сплавы получают методом высокоградиентной направленной кристаллизации [57]. Важно отметить, что в отличие от традиционных ЖНС микроструктура интерметаллидных сплавов является термически стабильной вплоть до предплавильных температур [49]. При этом известно [16], что такие сплавы в поликристаллическом состоянии очень хрупкие из-за слабости границ и трудности аккомодации скольжения по границам зерен, но введение бора позволяет повысить пластичность. Тем не менее, монокристаллы  $Ni_3Al$  обладают высокой пластичностью, поскольку имеют пять независимых систем скольжения, что, согласно критерию Мизеса, достаточно для обеспечения пластичности [16, 48].

Таблица 1.2 - Интерметаллидные сплавы на основе Ni<sub>3</sub>Al [11, 51-53]

Марка сплава	Содержание легирующих элементов, % масс. (Ni- основа)						
	Al	Ti	Mo	Cr	W	Co	Re и др. Zr; Hf; Fe; Si, C
ВКНА-4У	8,5-9,5	0,6-1,2	5	4,5-5,5	2,5	3,5-4,5	
ВКНА-1В	8,5	3	3,5	5,5	3	-	0,6Fe; 0,3Hf; 0,4Si; 0,05C
ВКНА-25 (ВИН 1)	8,1-8,6	0,3-0,7	4,5-5,5	5,6-6,0	2,5-3,5	4,0-5,0	1,2-1,6
ВИН4	8,1-8,7	0,01-1,5	2,5-4,8	4,8-5,5	2,5-3,0	0,05-6,0	0,02C
ВКНА-4	9	-	2,5	5	1,8	7,0	0,18 C
IC-221M	8	-	1,43	7,7	-	-	1,7 Zr; 0,008B
IC-396	7,98	-	3,02	7,72	-	-	0,85 Zr; 0,005B
IC-438	8,1	-	7,02	5,23	-	-	0,13Zr; 0,005B

Для сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al, согласно работам [13, 14, 16, 48, 49, 56], характерны ряд закономерностей:

- высокая жаростойкость при температурах 1200...1250 °С, обусловленная выбором системы сплавов Ni-Al-Cr-Ti-Mo-W [13, 14];

- повышенная жаропрочность при температурах 900...1200 °С, которая характерна для интерметаллидных сплавов системы Ni-Al (Рисунок 1.4), химический состав которых соответствует эвтектическому или близок к нему. В этом случае исключается взаимодействие между компонентами и обеспечивается термическая стабильность фазового состава [13, 16, 49, 56];

- рост значения предела текучести в интервале температур 700...900 °С [14, 48]. Такое аномальное повышение предела текучести является характерным для сплавов с дальним атомным порядком, а сильнее всего для сплавов со сверхструктурой L1<sub>2</sub> [13];

Среди интерметаллидных сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $\gamma'$ -фаза) наиболее перспективными являются литейные сплавы типа ВКНА (таблица 1.2) [13, 14, 49]. Приведенные в таблице 1.2 сплавы, характеризуются высокими значениями прочности и пластичности не только при комнатной температуре, но и при более высоких температурах вплоть до  $1250\text{ }^\circ\text{C}$ . Преимуществом сплавов типа ВКНА является повышенные значения сопротивления ползучести в интервале температур  $760\text{...}1200\text{ }^\circ\text{C}$ , а также высокие характеристики сопротивления термической и механической усталости [51-53]. По сравнению с литейными ЖНС сплавы типа ВКНА более экономно легированы. При этом для сплавов типа ВКНА характерно относительно высокая температура начала плавления ( $T_{\text{пл}}=1340\text{...}1360\text{ }^\circ\text{C}$ ), и, что особенно важно, более низкая плотность ( $\rho=7,91\text{...}7,94\text{ г/см}^3$ ), высокий модуль упругости ( $E=230\text{ ГПа}$ ) [58].

Необходимо отметить, что в работе [28] выполнен анализ известных [60, 61] вариантов двойной диаграммы состояния системы Ni-Al, различающихся схемами кристаллизации сплавов: в одном случае  $\gamma'$ -фаза ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) выделяется по перитектической реакции и образует с  $\gamma$  (Ni) эвтектику:  $L \leftrightarrow \gamma' + \gamma$ ; а в другом случае (Рисунок 1.2) образует с  $\beta$  (NiAl) эвтектику. В настоящее время продолжаются работы по исследованию особенностей кристаллизации сплавов на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

Составы интерметаллидных сплавов типа ВКНА оптимизированы таким образом, чтобы, согласно диаграмме состояния (Рисунок 1.4), максимально соответствовать эвтектическому составу [2, 60, 61] для обеспечения стабильности гетерофазной структуры [13, 14, 49].

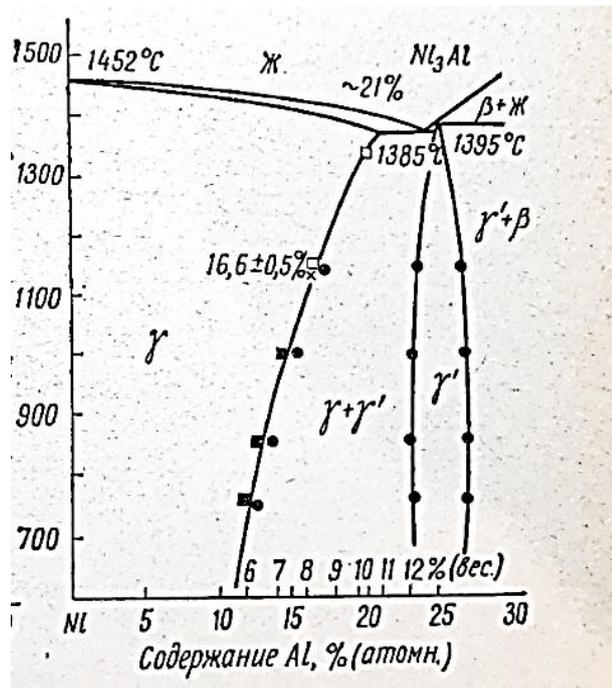


Рисунок 1.4 – Диаграмма состояния системы Ni-Al [2]

Структура сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al серии ВКНА представляет собой дендриты эвтектического происхождения, которые имеют двухфазное строение: выделения твердого раствора  $\gamma_{\text{эвт}}$  на основе никеля с неупорядоченной г.ц.к. решеткой (вязкая структурная составляющая) равномерно распределены в  $\gamma'_{\text{эвт}}$ -матрице и образуют сетку прерывистых прослоек. Дендриты разделены относительно крупными выделениями  $\gamma'$ -фазы, являющимися междендритной  $\gamma'$ -фазой, формирующейся при кристаллизации. Примерное соотношение основных фаз в интерметаллидном сплаве: объемная доля  $\gamma'$ -фазы составляет 85-90%, а  $\gamma$ -фазы 10...15% [28, 56]. Такая структура обладает высокой термической стабильностью, не вызывает разупрочнения сплава и потери пластичности после длительных нагревов при высоких температурах.

В работах [62, 63] продемонстрирована перспективность применения монокристаллического сплава ВКНА-4У вместо сплава ЖС6У в качестве неохлаждаемых рабочих лопаток турбины. Использование сплава ВКНА-4У позволило увеличить срок службы лопаток в 1,5...2 раза и повысить рабочую температуру на входе в турбину на 100 °С. Испытания, проведенные в течение 2,5 тысяч часов и 10 тысяч циклов, показали, что заметных изменений в

микроструктуре и параметрах кристаллических решеток  $\gamma'$ -фазы и  $\gamma$ -твердого раствора рабочих лопаток из сплава ВКНА-4У не выявлено.

Сплав ВКНА-25 рекомендован в качестве рабочих неохлаждаемых лопаток [13, 53, 63], способных работать при температурах 1100 °С, при которой сплав характеризуется повышенными значениями предела длительной прочности и сопротивление ползучести по сравнению с другими интерметаллидными сплавами, например, ВКНА-1В. Вероятно такое различие обусловлено наличием рения в сплаве ВКНА-25. Типичная микроструктура образцов из сплава ВКНА-25 представлена на рисунке 1.5.

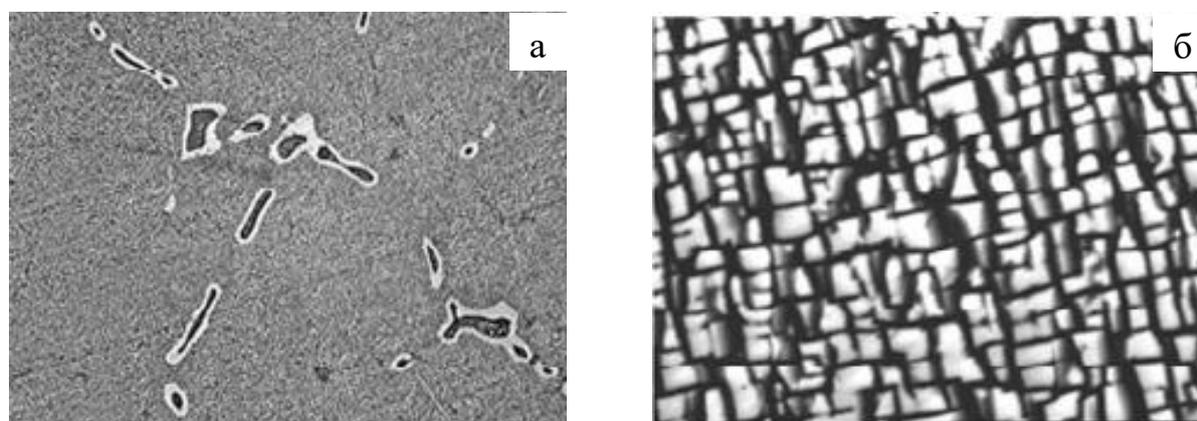


Рисунок 1.5 – Микроструктура отливки лопатки из сплава ВКНА-25 [63]:

а –  $\times 500$ ; б –  $\times 10000$

## **1.2 Формирование ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры в дисперсионно-твердеющих никелевых сплавах и их влияние на сверхпластические свойства**

### *1.2.1 Структурная сверхпластичность никелевых сплавов*

Известно, что СП, в том числе, структурной СП, называют явление, заключающееся в способности сплавов пластически деформироваться до очень

высоких степеней деформации (значение относительного удлинения достигают 1000% и более) [6, 7]. Для реализации структурной СП в ЖНС необходимым условием является формирование в заготовках или полуфабрикатах мелкозернистой (МЗ с размером зерен 1...15 мкм), ультрамелкозернистой (УМЗ с размером зерен 0,1...≤1 мкм) или нанокристаллической (НК с размером зерен менее 0,1 мкм). Явление структурной СП в ЖНС наблюдается при определенных температурно-скоростных условиях: температура: 0,8...0,9  $T_{пл}$  для МЗ, а для УМЗ и НК составляет 0,5...0,7  $T_{пл}$  [6, 7]. При этом, интервал скоростей деформации для большинства сплавов составляет  $10^{-5} \dots 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Особенностью сверхпластической деформации является сохранение равноосной формы зерен с низкой плотностью дислокаций даже после больших СП деформаций [5-7, 64, 65].

Известно [5-7, 64], что основными механизмами СП деформации являются зернограничное скольжение, диффузионная ползучесть и внутризеренное дислокационное скольжение. Основные характеристики проявления эффекта СП: 1) стабильность пластического течения и высокие значения относительного удлинения  $\delta$  образцов при растяжении; 2) отсутствие заметного упрочнения в процессе пластического течения и сохранение относительно низкого напряжения течения; 3) существенная зависимость напряжения течения, удлинения и скоростной чувствительности  $m$  от скорости деформации [5-7]. Принято считать, что сверхпластичность металлов проявляется при  $m \geq 0,3$ . При указанных значениях коэффициента  $m$  обеспечивается скоростное упрочнение материала, которое замедляет развитие локализации деформации, и, при этом, обеспечивается высокая пластичность металлов и сплавов [6, 64-67].

Зернограничное проскальзывание (ЗГП) - является основным механизмом при структурной СП деформации [5-7]. Отсюда становится ясной определяющая роль структурного состояния материала в проявлении эффекта СП - чем мельче и равнооснее структурные составляющие сплава, тем легче реализуется ЗГП, меньше напряжение течения и выше скорость сверхпластической деформации. Микроструктура с примерно равными размерами и объемными соотношениями между зёрнами двух фаз, называется микродуплексной [68, 69].

Исследованию СП в никелевых посвящено множество работ [5-7, 64, 65, 70-72]. Авторами статьи [72] показано, что в чистом никеле при формировании наноструктуры относительное удлинение составляет 300% при температуре 350 °С, а в интерметаллиде  $Ni_3Al$  при температуре 650 °С достигает 375%. Что касается ЖНС, то они пластичны при температурах выше температуры полного растворения упрочняющей, обычно  $\gamma'$ -фазы –  $T_{п.р.}$  [5-7, 64, 65,]. В работах [6, 39, 64, 65] авторы на примере ряда дисперсионно-твердеющих ЖНС, различающихся по типу упрочняющей фазы ( $\gamma'$ ;  $\gamma''+\delta$ ) продемонстрировали, что создание в таких сплавах УМЗ структуры обеспечивает реализацию эффекта низкотемпературной СП при температурах, которые на 200...250 °С ниже по сравнению с этими же материалами с МЗ структурой. В указанных работах отмечено, что уменьшение параметров структуры до УМЗ размера обеспечивает снижение уровня напряжения течения в 1,5...2 раза и рост скорости деформации на 1...1,5 порядка. Измельчение зерен до НК размеров позволяет максимально снизить температуру проявления эффекта низкотемпературной СП [6]. В частности, за счет формирования УМЗ структуры в сплаве Inconel 718 удалось снизить температуру СП до 700 °С [65], а для НК структуры даже до 575 °С [39].

В работах [5, 70, 71] исследовано влияние количества  $\gamma'$ -фазы и исходной структуры на СП свойства ЖНС (Рисунок 1.6). На рисунке 1.6 а приведены показатели  $m$  и  $\delta$  для разных жаропрочных сплавов с МЗ структурой: низколегированных с относительно небольшим содержанием  $\gamma'$ -фазы (до 20% в сплавах ЭИ437, ЭИ698), среднелегированного (ЭП742) с содержанием этой фазы до 40% и высоколегированных (ЭП962 и ЭП975), где  $\gamma'$ -фаза занимает  $\geq 50\%$ . Во всех этих сплавах размер зерен матрицы составлял 3...4 мкм, а  $\gamma'$ -фазы – 0,5-2 мкм. На рисунке 1.6 б представлены зависимости значения относительного удлинения от температуры – кривые 1 и 2; зависимость напряжения от температуры – кривые 3 и 4, для сплава ЖС6У с МЗ (кривые 1, 3) и УМЗ (кривые 2, 4) структурой. Также приведены зависимости изменения коэффициента скоростной чувствительности  $m$  от исходной микроструктуры в сплаве ЖС6У (1- УМЗ, 2, 3 – МЗ). С матричной

структурой при 1100 °С (кривая 1), микродуплексной структурой при 1000 °С (кривая 2) и 950 °С (кривая 3).

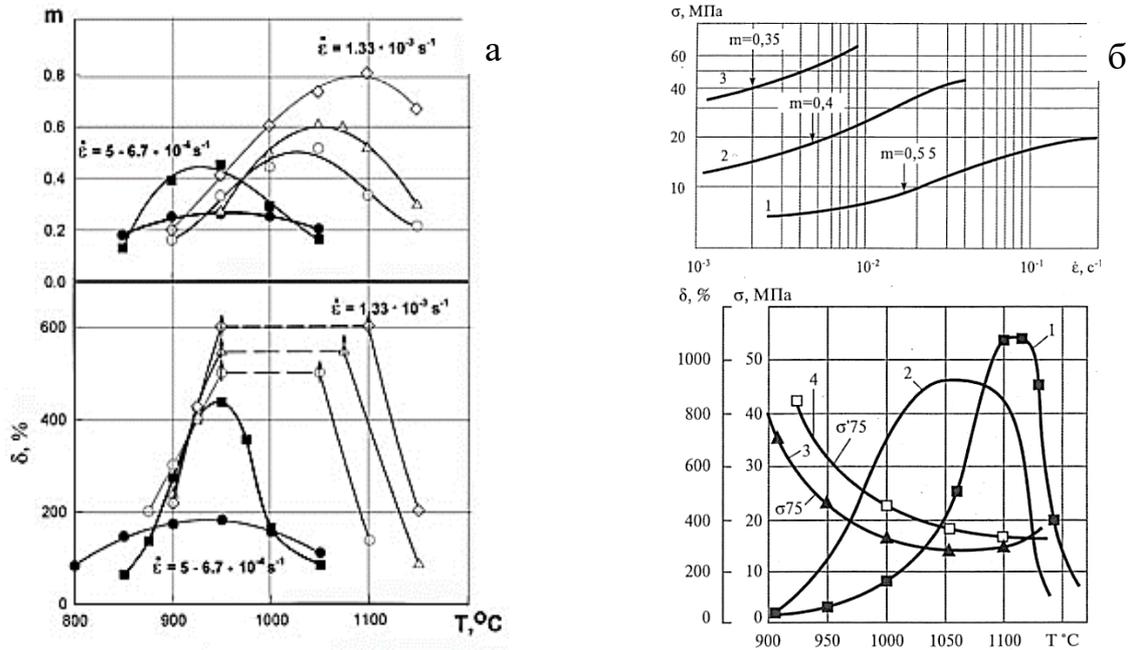


Рисунок 1.6 – Зависимости коэффициента скоростной чувствительности  $m$  и относительного удлинения  $\delta\%$  от температуры деформации для жаропрочных сплавов:

а – ● - Э437, ■ - ЭИ698, ○ - ЭП742, Δ - ЭП962, □ - ЭП975 [70]

б – ЖС6У[71]: 1,3 – МЗ; 2,4 – УМЗ. Зависимость значения относительного удлинения от температуры – кривые 1 и 2; зависимость напряжения от температуры – кривые 3 и 4

Сравнительный анализ СП свойств указанных сплавов показал, что с увеличением количества  $\gamma'$ -фазы в ЖНС достигаются более высокие характеристики СП [5, 7, 70]. При этом оптимальная температура проявления СП смещается в сторону более высоких гомологических температур. Существенное влияние на сверхпластичность сплавов оказывают различия фазового состава, в особенности количества изоморфной  $\gamma'$ -фазы. В научной литературе [6, 7, 64, 70] показано, что у высоколегированных ЖНС с МЗ структурой типа микродуплекс высокая пластичность наблюдается в широком интервале температур, а у

малолегированных в узком. Например, в работах [64, 70] обнаружено, что пластичность низколегированных сплавов ЭИ437 и ЭИ698 с МЗ структурой не превышала 190% после деформации с повышенной скоростью  $\dot{\epsilon}=1,33\cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , при этом значения коэффициента  $m=0,2$ . Однако более легированные ЖНС ЭП742 и ЭП962 с соизмеримыми параметрами МЗ структуры, содержащие 35...45%  $\gamma'$ -фазы, при идентичных температурно-скоростных условиях испытаний разрушались только после растяжения на 400...500%, коэффициент  $m$  был близок к 0,3. Максимальные характеристики СП наблюдали при высокой скорости деформации  $1,33\cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  на сплаве ЭП975 (содержащем ~55%  $\gamma'$ -фазы) с МЗ структурой, в котором значения относительного удлинения превышали 550%, при этом значение коэффициента  $m$  составляло 0,5. Важно отметить, что в сплаве ЭП975 с микродулексной структурой соотношение  $\gamma$  и  $\gamma'$ -фаз близко к 1:1, что является важным фактором для обеспечения высокой термической стабильности МЗ структуры и проявления даже признаков высокоскоростной СП:  $\delta\approx 200\text{...}250\%$ ,  $m=0,3\text{...}0,35$  при скоростях деформации  $1\text{...}1,33\cdot 10^{-1} \text{ с}^{-1}$  [6, 7, 64, 70].

В работе [71] авторы изучали зависимости механических свойств при растяжении от температуры в сплаве ЖС6У с матричной и микродулексной структурой и обнаружили значительное снижение температуры сверхпластической деформации сплава с дисперсной структурой [71]. Установлено (Рисунок 1.6 б), что для сплава ЖС6У формирование микродулексной структуры позволяет снизить температуру деформации до 1000 °С, при этом оптимальной скоростью деформации является  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , а при 950 °С –  $\dot{\epsilon}=2\cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

### *1.2.2 Формирование мелкозернистой, ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры в никелевых сплавах*

Для формирования МЗ структур дулексного типа в труднодеформируемых ЖНС традиционно используется ДТО [7, 64, 73, 74]. За рубежом широко используется способ, предложенный в работе [75], который известен как «геторайзинг» процесс. Обработка по данному способу заключается в нагреве

сплава, например, In-100 или Astroloy до температуры ниже температуры рекристаллизации и интенсивной пластической деформации, проводимой методом прессования с обжатием сплава не менее 4:1 [6, 76]. В процессе такой обработки происходит деформационный разогрев деформируемого материала, что способствует развитию динамической рекристаллизации и, как следствие, формированию в объемной заготовке микроструктуры типа микродулекс.

Существует множество методов формирования УМЗ и НК структур, основные из которых: ВИК, горячая прокатка, сдвиговая прокатка, равноканальное угловое прессование, интенсивная пластическая деформация (ИПД) кручением в наковальнях Бриджмена [72, 77-80]. В указанных работах отмечается, что параметры НК структуры существенно зависят не только от режимов деформации, но и от исходной структуры, химического и фазового состава сплавов [80].

Вопросу измельчения микроструктуры и их влияния на свойства металлов и сплавов, в том числе ЖНС, посвящено множество работ [5-7, 64-88]. В работах [5, 39, 64, 73, 74, 84] изучены механизмы трансформации исходной КЗ структуры до МЗ, УМЗ до НК структуры в ЖНС с различным типом упрочняющей фазы в процессе ДТО с постадийным снижением температуры обработки. Схематично механизмы трансформации, а также эволюции микроструктуры при ДТО представлены на рисунках 1.7...1.10.

В работах [64, 73, 77, 81-88] разработаны режимы ДТО, в процессе которых проводится поэтапное снижение температуры обработки ЖНС от  $0,9...0,8 T_{пл}$  до  $0,6...0,5 T_{пл}$ . Благодаря такому поэтапному уменьшению температуры ДТО обеспечивается постадийное преобразование исходной крупнозернистой (КЗ) структуры в МЗ структуру дулексного типа, а затем при последующем снижении температуры ДТО достигается дополнительное уменьшение параметров структуры до УМЗ или даже до НК размера.

На рисунке 1.7 приведена схема трансформации исходной КЗ микроструктуры в мелкозернистую структуру микродулексного типа и далее вплоть до в НК состояния для сплавов типа Inconel 718 (российский аналог сплава ЭК61). В этих сплавах упрочняющей фазой является метастабильная  $\gamma''$ -фаза.

Важно отметить, что при ДТО  $\gamma''$ -фаза трансформируется в более стабильную  $\delta$ -фазу.

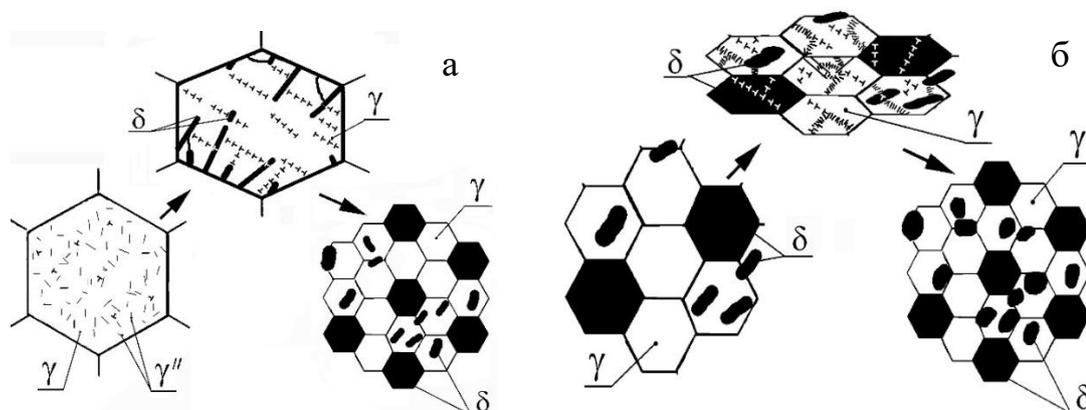


Рисунок 1.7 – Схемы трансформации при горячей деформации исходной КЗ структуры в МК структуру типа микродуплекс (а) и далее преобразования МК структуры в УМЗ структуру типа субмикродуплекс (б), которые разработаны на примере сплава Inconel 718 [73, 84]:

а – ДТО при 925 °С,  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ ; б – ДТО при 700 °С,  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$

Происходит фрагментация пластин  $\delta$ -фазы и их коагуляция, а зерна  $\gamma$ -фазы приобретают развитую субзеренную структуру и впоследствии формируются высокоугловые границы.

В работе [39] изучено влияние режимов ДТО с использованием схемы ВИК на формирование УМЗ и НК структуры в сплаве Inconel 718. Показано, что для получения в указанном сплаве УМЗ и НК структуры (Рисунок 1.8) целесообразно проводить ДТО при пониженных гомологических температурах ( $0,67-0,57 T_{пл}$ ). Авторы показали, что после ВИК при 700 °С в объемных заготовках формируется УМЗ структура, которая обеспечивает проявление эффекта низкотемпературной СП при  $T=600\dots 650 \text{ }^\circ\text{C}$ .

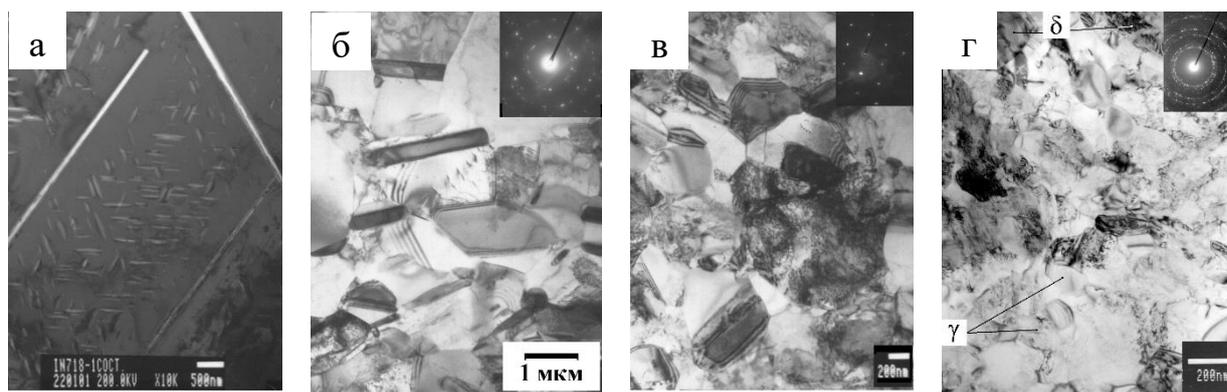


Рисунок 1.8 – Эволюция микроструктура сплава Inconel 718 после деформационно-термической обработки: а – КЗ, гетерогенизирующий отжиг в  $\gamma+\delta$ -области; б – МК; в – СМК; г – НК [64]

Важно отметить, что метод ДТО с использованием ВИК весьма эффективен при обработке сплавов типа Inconel 718 при получении в них МЗ и УМЗ структуры (менее 1 мкм) в листовых и объемных полуфабрикатах [65, 81, 85]. При этом ограничения по размерам полуфабрикатов могут быть связаны только с возможностями существующего промышленного кузнечно-прессового оборудования.

На рисунке 1.9 приведена схема трансформации микроструктуры из КЗ вплоть до НК структуры дуплексного типа в процессе ДТО с постадийным снижением температуры обработки, которая может быть реализована в сплавах типа ЭП962 с упрочняющей  $\gamma'$ -фазой. В результате ДТО происходит развитие множественного скольжения и образование при малых степенях горячей деформации субзеренной структуры, которая с ростом степени деформации до 70-80% и более трансформируется в зеренную.

Эволюция микроструктуры в процессе ДТО для сплава ЭП962 представлена на рисунке 1.10 [64]. Метод ДТО позволяет получать полуфабрикаты из жаропрочных сплавов с размером зерен  $\gamma$ -твердого раствора (матрицы) и  $\gamma'$ -фазы не только в области нескольких микрон, но и в области ста нанометров и менее [5-7].

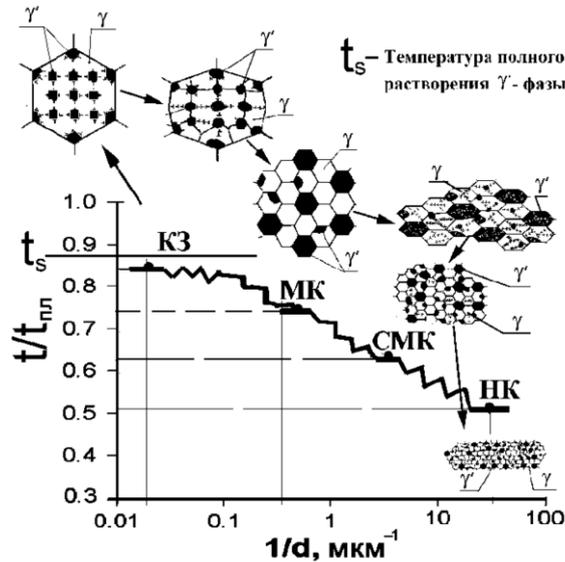


Рисунок 1.9 – Схема поэтапного измельчения микроструктуры в процессе ДТО с поэтапным снижением температуры обработки ЖНС типа ЭП962, упрочняемых изоморфной  $\gamma$ -фазой [64]

В качестве примера на рисунке 1.10 представлена эволюция микроструктуры никелевого жаропрочного сплава ЭП962 при ДТО.

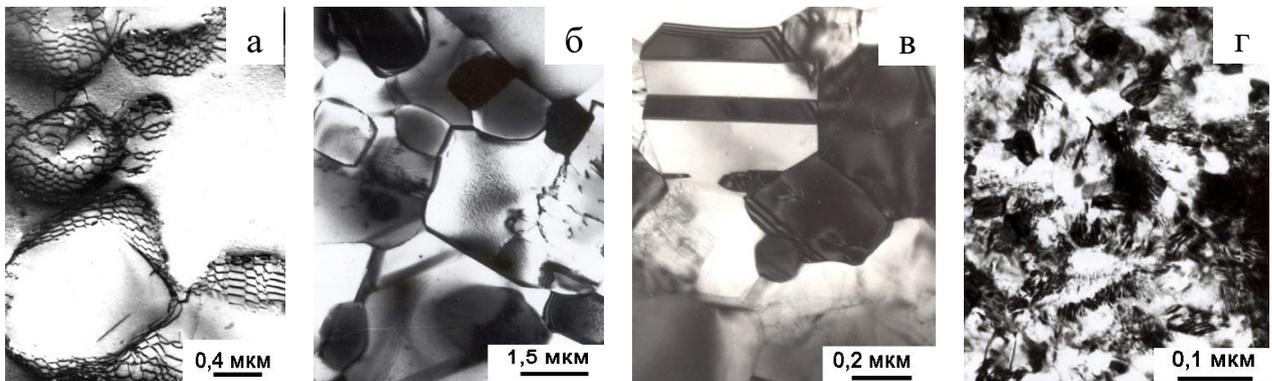


Рисунок 1.10 – Эволюция микроструктуры при ДТО сплава ЭП962:  
а – КЗ ( $d_\gamma=80$  мкм,  $d_{\gamma'}=1$  мкм), гетерогенизирующий отжиг в  $\gamma+\gamma'$ -области + отжиг при 1100 °С, 100 час.; б – МК; в – СМК; г – НК [64, 73]

Микроструктура этого сплава может быть измельчена вплоть до НК состояния несмотря на то, что в этом сплаве содержится ~45%  $\gamma'$ -фазы [64]. Оказалось, что измельчение зерен до наноразмерной области приводит к

значительному, на 200...300 °С, снижению оптимальной температуры СП жаропрочных сплавов по сравнению с температурой СП сплава с МЗ структурой. Это явление, известное под названием низкотемпературной СП, позволяет производить деформацию жаропрочных сплавов при относительно низких температурах.

Установленные закономерности структурных изменений при ДТО позволяют определять необходимые режимы обработок для формирования УМЗ полуфабрикатов для всех жаропрочных сплавов с учетом их химического и фазового состава, при этом по номограмме [5, 86-88] для жаропрочного сплава заданного состава без дополнительных исследований можно выбрать оптимальные температурные режимы ДТО и требуемые для деформации напряжения.

Из анализа вышеприведенных данных научно-технической литературы следует, что формирование таких структур в жаропрочных никелевых сплавах имеет практический интерес по следующим причинам [5, 7]:

1) В КЗ состоянии эти сплавы отличаются малой пластичностью и труднодеформируемостью, что существенно затрудняет изготовление из них деталей сложной формы.

2) В УМЗ состоянии эти сплавы, проявляют высокие СП свойства.

3) Деформация жаропрочных сплавов в состоянии СП позволяет: а) значительно упростить формообразование из них деталей; б) повысить коэффициент использования металла; в) избежать опасного брака по неоднородности структуры в деталях ответственного назначения.

### *1.2.3 Использование сверхпластической деформации в технологических процессах изготовления деталей газотурбинных двигателей из жаропрочных сплавов*

Для реализации эффекта СП при деформации ЖНС используются заготовки с МЗ структурой типа микродуплекс. В современных высоколегированных ЖНС эффект СП с такой структурой, как было отмечено в разделе 1.2.1, проявляется при

высоких гомологических температурах  $0,8...0,9 T_{пл}$ . Это обстоятельство предъявляет повышенное требование к конструированию оснастки и условиям ее эксплуатации. За рубежом для изготовления крупногабаритных деталей типа диск ГТД в условиях СП используется дорогостоящую штамповую оснастку из молибденовых сплавов, которая может работать в вакууме или инертной среде [6, 75, 76].

В России развивается другое направление, связанное с разработкой технологии высокотемпературной изотермической штамповки с использованием штампов из литейных (Ж6У, ИШВ-2) или интерметаллидных (ВКНА-3) жаропрочных сплавов на основе никеля [2, 89, 90].

В работе [91] продемонстрирована эффективность изотермической штамповки в режиме СП для изготовления деталей типа диска ГТД диаметром 550 мм из сплава ЭП975 (Рисунок 1.11).

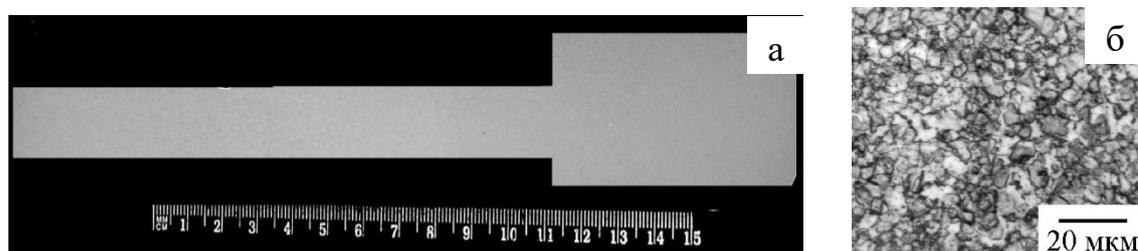


Рисунок 1.11 – Макро (а) и микроструктура (б) дисков диаметром 550 мм из сплава ЭП975, изготовленных деформацией в состоянии СП [91]

Авторы [91] показали, что после деформации в состоянии СП в штампованных дисках сохраняется по всему диаметральному сечению дисков однородная микродуплексная структура с размером зерен  $\sim 10$  мкм. После окончательной термической обработки в диске из сплава ЭП975 формируется однородная крупнозернистая структура с размером зерен  $\gamma$ -фазы 137 мкм, что обеспечивает достижение требуемого комплекса эксплуатационных свойств.

В работах [89, 90] учеными ФГУП «ВИАМ» представлены результаты, связанные с разработкой и внедрением в опытно-промышленное производство

комплексной технологии, заключающейся в изотермической штамповке на воздухе в режиме СП малоразмерных (диаметром до 300 мм) дисков ГТД из высокожаропрочных никелевых сплавов с однородной регламентированной структурой. Указанная технология получения штамповок дисков из ЖНС состоит из вакуумно-индукционной выплавки слитков, последующего переплава методом высокоградиентной направленной кристаллизации, гомогенизационного отжига, изотермической штамповки слитков и окончательную ТО полученных штамповок дисков. Разработанная комплексная технология оказалась эффективной также при изготовлении крупногабаритных дисков диаметром до 600 мм. Так в работах [22, 90] на примере современных высокожаропрочных сплавов ВЖ-175 (Рисунок 1.12) и ЭК151-ИД показано, что деформация в режиме СП эффективна для изготовления крупногабаритных штамповок дисков ГТД из слитков промышленного производства с регламентированными структурой и свойствами.

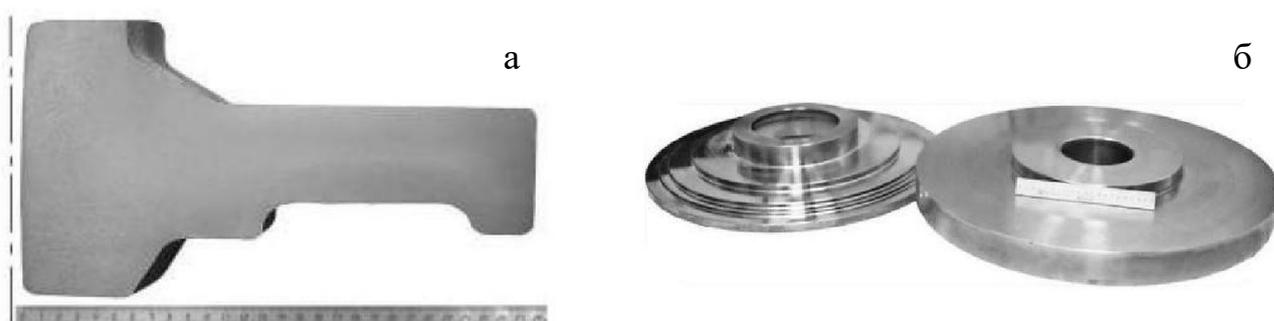


Рисунок 1.12 – Макроструктура (а) и общий вид (б) штамповок дисков из сплава ВЖ-175-ИД для двигателя ПД-14 [22]

Крупногабаритные штамповки из сплава ВЖ175-ИД рекомендованы для изготовления дисков ГТД и ГТУ, работающих при температурах до 750 °С с кратковременными забросами до 800 °С.

Одним из наиболее эффективных методов изготовления сложнопрофильных деталей типа дисков ГТД из высокожаропрочных сплавов является метод локального формообразования – изотермической раскатки или ротационной

вытяжки в режиме СП [5, 7, 92, 93]. Оптимальными для техпроцесса изготовления диска методами локального формообразования (раскатка или ротационная вытяжка) в условиях СП являются объемные полуфабрикаты с предварительно подготовленной МЗ структурой типа микродулекс [39, 81, 94, 95]. Так в работах [5, 7, 81] для сплава Inconel 718 показана высокая эффективность применения ротационной вытяжки в режиме СП при температуре двухфазной ( $\gamma+\delta$ ) области для получения сложнопрофильной детали типа диск с тонкостенным фланцем. Авторы обнаружили, что в наиболее деформированной части детали фланца, в которой имело место интенсивная сверхпластическая деформация сохранилась однородная равноосная МЗ структура (Рисунок 1.13.).

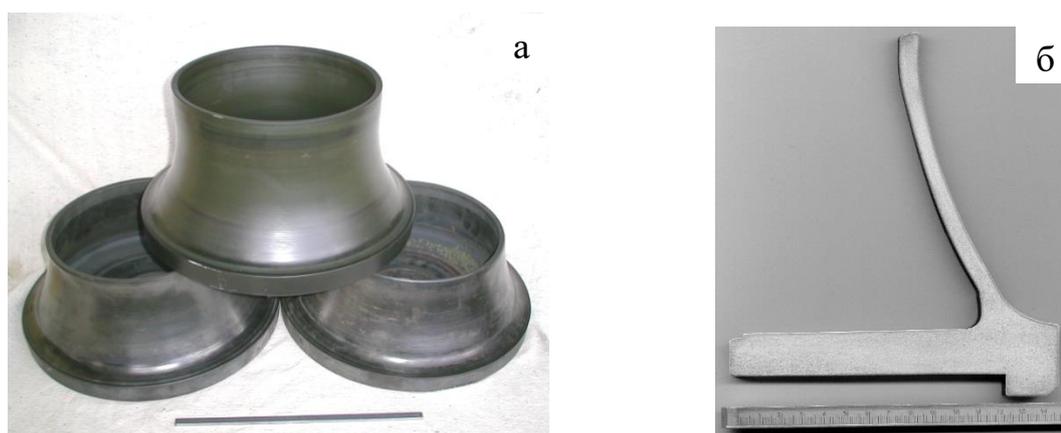


Рисунок 1.13 – Общий вид (а) и макроструктура (б) дисков из сплава Inconel 718, изготовленных способом ротационной вытяжки в режиме СП [5, 81]

Перспективные технологические процессы раскатки и ротационной вытяжки в условиях СП труднодеформируемых никелевых сплавов были разработаны в ИПСМ РАН [5, 7]. Результаты опытно-промышленного опробования перспективной технологии раскатки дисков ГТД из российских (ЭП742, ЭП962,) и зарубежных сплавов (Inconel 718, Rene 95), а также натурные стендовые испытания дисков из сплава ЭП962 показали возможность существенного повышения коэффициента использования металла (в 1,5-2 раза) при их внедрении и снижения себестоимости при одновременном повышении качества изделий [5, 7].

Деформация в режиме СП является эффективным методом изготовления крупногабаритных дисков ГТД с градиентной структурой и соответственно с градиентными свойствами, которые оптимизированы с учетом реальных условий их эксплуатации, что актуально для применения в авиадвигателях нового поколения [6, 7]. Диски с однородной или при необходимости с градиентной структурой диаметром до 800 мм могут быть получены методом раскатки в режиме СП на специализированном стане СРД-800 [5, 7], например, из сплава ЭП962. В работе [96] штамповкой в режиме СП получен модельный диск с градиентной структурой и свойствами из гранульного сплава ЭП741НП. За рубежом также проводятся исследования по получению дисков с градиентной структурой. Так в работе [97] показано, что для получения градиентной структуры заготовку жаропрочного сплава с МЗ структурой типа микродуплекс подвергают штамповке в режиме СП и далее отжигают в печи. При этом в процессе высокотемпературного отжига в диске обеспечивают температурный градиент, чтобы в ступице сохранить мелкозернистую структуру, а в ободке диска получить более крупнозернистую структуру.

Деформацию в режиме СП жаропрочных никелевых сплавов применяют и в других технологических процессах, таких как сварка давлением и СП формовка [98, 99]. Для таких технологических процессов весьма перспективными являются сплавы типа Inconel 718. На этом сплаве авторами [98, 99] проведены систематические исследования по формированию твердофазного соединения. Установлено, что формирование УМЗ структуры дуплексного типа в объемных или листовых полуфабрикатах из сплава Inconel 718 создает предпосылки для реализации технологических процессов СП формовки и СД в условиях низкотемпературной СП. Подробнее о процессе сварки давлением с использованием СП деформации будет изложено в следующем разделе.

### **1.3 Методы получения неразъемных соединений из сплавов на основе никеля**

В предыдущем разделе 1.2 была показана перспективность и эффективность использования явления СП в различных технологических процессах изготовления изделий ГТД, в частности деталей типа диск. Изготовление деталей из ЖНС в режиме СП методами штамповки, раскатки и другими методами относится к ресурсосберегающим технологиям, позволяющим не только повысить коэффициент использования металла, но и улучшить качество изделий за счет однородности микроструктуры, снизить себестоимость продукции и повысить уровень эксплуатационных свойств, адаптированных к режимам работы в составе ГТД [6, 7, 92, 93].

Анализ результатов исследований по дисковым и лопаточным сплавам, приведенных в монографии [8], показал, что существует актуальная необходимость в проведении исследований, направленных на создание перспективных высокожаропрочных сплавов с пониженной плотностью, а также разработку новых технологических и конструкторских решений, обеспечивающих повышение температурно-силовых параметров работы лопаток и дисков. При этом требуется разработка новых конструкций, которые позволят исключить массивные замковые соединения, а также уменьшить их массу, снизить трудозатраты при производстве и обеспечить высокую надежность при последующей эксплуатации [9, 10, 100, 101]. На рисунке 1.14 представлены примеры неразъемных деталей сварного роторного блока [102] и детали «БЛИСК» (blades and disks) диска с лопатками [9, 100]. В указанных работах отмечено, что создание класса биметаллических «БЛИСКов» ответственного назначения заданной и рассматриваемой конструкции, позволяют повысить его газодинамическую эффективность.

Анализ конструктивных особенностей и энергосиловых параметров биметаллических деталей типа «БЛИСК», проведенный в работах [9, 100-102] показал, что создание неразъемных соединений между дисками и лопатками позволит более равномерно распределить нагрузку, снизить массу и размеры

замковых частей диска с лопатками. В работах [10, 100] показано, что в случае применения конструкции типа «БЛИСК» снижение массы рабочего колеса возможно до 30% по сравнению с традиционным вариантом соединения.



Рисунок 1.14 – Сварной роторный блок из сплава ВЖ172 [102] конструкции АО «Климов» (а) и образец-демонстратор конструкции типа «БЛИСК» (б) [100]

В разделе 1.1 отмечено, что лопатки и диски работают в различных температурных условиях. Это обстоятельство обуславливает использование разных материалов для дисков и лопаток. Так в работах [9, 45, 100] показано, что перспективным материалом в качестве лопаток является сплав ВКНА-25, а для диска сплав ЭП975 (самый жаропрочный серийный деформируемый отечественным сплав, раздел 1.1). В настоящее время ведутся работы, направленные на разработку эффективных методов получения неразъемных соединений из указанных сплавов, что актуально для получения детали типа «БЛИСК».

В работах [45, 103] в зависимости от содержания Al и Ti в сплавах предложена классификация ЖНС, которая связана с анализом их стойкости сварных соединений против образования трещин при ТО. Предложенная классификация позволяет оптимизировать выбор метода получения соединений из ЖНС с учетом их химического и фазового состава (Рисунок 1.15).

Существует множество методов соединения металлов и сплавов [102-151]. Широко применяются методы сварки плавлением [102, 103], диффузионной пайки

[100, 104, 105], диффузионная сварка с применением расплавляющегося промежуточного слоя [106, 107]. Кроме того, в настоящее время перспективными методами являются методы сварки в твердом состоянии: сварка трением [45, 108-114], диффузионная сварка [115-130], сварка давлением в условиях СП [131-142], а также другие методы [143-151].

Сварка является одним из ведущих технологических процессов формоизменения в современном машиностроении. Согласно ГОСТ 2601-84 «сваркой называют получение неразъемных соединений посредством установления межатомных связей между соединяемыми частями при их нагревании и (или) пластическом деформировании».

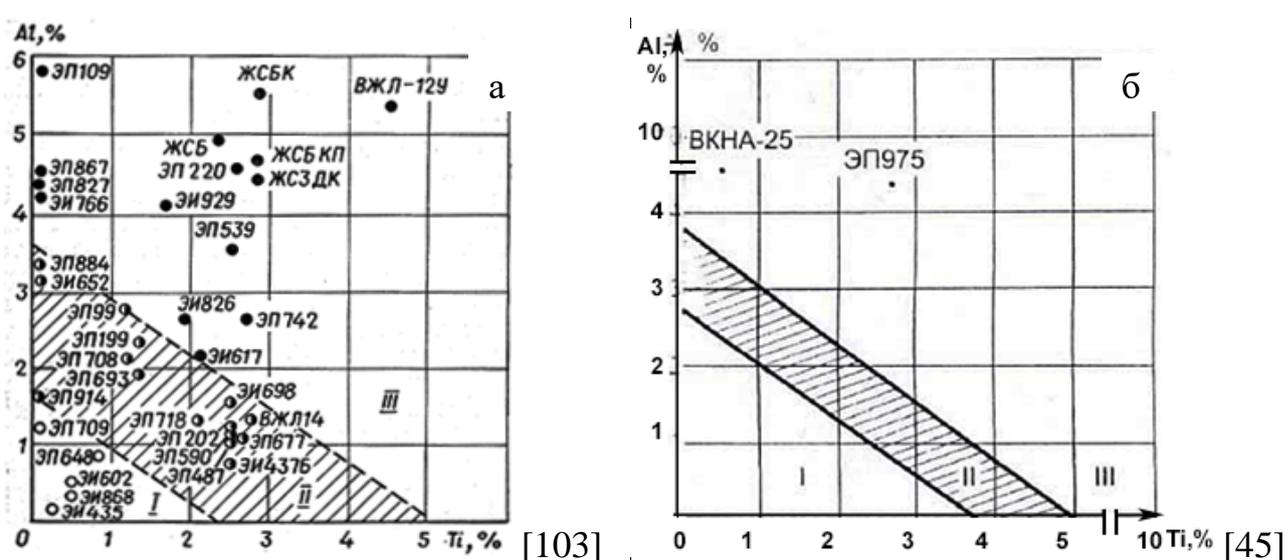


Рисунок 1.15 – Диаграмма для оценки склонности жаропрочных сплавов к образованию термических трещин (сплавы I - не склонные, II - с умеренной и III - с высокой склонностью к образованию трещин)

Рассмотрим подробнее различные методы получения биметаллических соединений из одноименных и разноименных металлов и сплавов.

### *1.3.1 Сварка плавлением*

Сущность сварки плавлением заключается в следующем [102]: при сварке плавлением путем локального подвода тепловой энергии частично расплавляется металл в зоне соединяемых поверхностей. При этом, в материалах, приведенных в ГОСТ 2601-84 и ГОСТ Р ИСО 857-1-2009 отмечается, что образование сварного соединения происходит за счет местного сплавления соединяемых деталей без приложения давления. При таком способе сварки происходит расплавление или кромки соединяемых деталей, или присадочного (электродного) металла. В результате кристаллизации сварочной ванны в сварном шве формируется литая структура. Следует отметить, что процессы, формирующие структуру сварного шва при кристаллизации, являются идентичными процессам при формировании структуры слитка, который получают при литье. В результате в сварном шве возникают дефекты, характерные для слитка при кристаллизации, такие как: химическая ликвация, структурная неоднородность, дефекты связанные с явлением усадки, такие как пористость, остаточные напряжения. Все это приводит к понижению механических свойств и охрупчиванию неразъемных соединений. В 80-е годы прошлого века было показано [45, 103], что применительно к высоколегированным ЖНС с высоким содержанием упрочняющей  $\gamma'$ -фазы (50-60%) сварка плавлением зачастую неприменима, из-за склонности к трещинообразованию в зоне сварного шва при ТО, обусловленному высокой скоростью выделения упрочняющей фазы (Рисунок 1.15).

### *1.3.2 Диффузионная пайка*

Согласно ГОСТ 17325-79 пайкой называется образование неразъемного соединения с межзатомными связями путем нагрева соединяемых материалов ниже температуры их плавления, смачивания их припоем, затекания припоя в зазор и последующей его кристаллизации. Диффузионная пайка – пайка, при которой образование паяного соединения совмещено с изотермической обработкой.

Изотермическая обработка обуславливает прохождение диффузии с целью направленного изменения свойств паянного соединения, в том числе, кристаллизации металла шва при температуре пайки. В результате пайки происходит взаимодиффузия атомов припоя и основного материала, и образуется диффузионная зона - участок паяного соединения, характеризующийся измененным химическим составом основного материала припоя. В обзоре [9] рассмотрены процессы, протекающие при диффузионной пайке. Авторами показано, что прочность паяных соединений в значительной степени определяется параметрами микроструктуры соединяемых материалов, а также их химическим составом, в том числе припоя. Диффузионную пайку осуществляют при температурах выше температуры солидуса припоя. Особый интерес представляют результаты исследований [9, 100], в которых показана перспективность использования диффузионной пайки для соединения монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА-25 с деформируемым ЖНС ЭП975. В указанных выше работах изучено влияние температуры и длительности процесса диффузионной пайки на строение зоны паяного соединения. Отмечено, что с ростом температуры и времени взаимодействия твердой и жидкой фаз разрушается кристаллическая решетка твердых сплавов, что приводит к их переводу в расплав припоя путем диффузии. При нагреве припой растекается и осуществляется взаимодействие жидкого припоя с паяемыми материалами, в результате чего на границах твердой и жидкой фаз образуются диффузионные прослойки, включающие припой и контактирующий с ним сплав. На ширину диффузионной зоны влияет, не только природа соединяемых сплавов, остаточные напряжения в паяемых материалах, но и другие факторы: температура и длительность нагрева, скорость протекания диффузионных процессов. В работах [9, 100, 104, 105] также отмечено, что при диффузионной пайке важную роль играют также процессы гетеродиффузии, т.е. взаимная диффузия химических элементов основного материала из припоя в основной материал и наоборот. В целом, авторами продемонстрирована эффективность применения этого метода при изготовлении

экспериментального модельного образца детали типа «БЛИСК» (Рисунок 1.14), в котором пайка осуществлялась в замковой части соединения диска с лопатками.

Однако, при получении паяных соединений сплавов на основе никеля существует ряд требований к припою: химический состав припоя, должен быть разработан специально для конкретного сочетания сплавов; иметь хорошую смачиваемость; способность равномерно заполнять расплавленным припоем соединительные зазоры. ТО паяного соединения следует производить с учетом особенностей припоя и исходных материалов. Кроме этого, как правило, при кристаллизации припоя в зоне соединения может возникнуть неоднородность по структуре и химическому составу, что ухудшит свойства. Так, в работе [100] показано, что структура паяного шва, образующегося при соединении никелевых сплавов с использованием сложнолегированных припоев, химический состав которых близок к составу соединяемых сплавов, представляет собой зерна  $\gamma$ -твердого раствора с выделениями  $\gamma'$ -фазы и боридной эвтектики, которые образуют прослойки между зернами. Эвтектические образования снижают прочность паяных соединений из-за того, что обладают высокой хрупкостью и характеризуются сплошным характером выделения, для устранения которых необходимо проведение термической обработки. В другой работе [106] авторы показали, что сплав Ni-Cr-Co-W-Mo-V можно использовать в качестве промежуточного слоя для переходного жидкофазного соединения монокристаллического сплава на основе Ni. В этом методе важно поддерживать кристаллографическую ориентацию поперек плоскости соединения, чтобы избежать образования нежелательных границ зерен. Еще одним недостатком рассматриваемого метода является высокая температура пайки. Например, в работе [105] диффузионную пайку производили припоем ВПр36 в вакуумной печи при температуре 1230 °С, которая превышает температуру полного растворения упрочняющей  $\gamma'$ -фазы соединяемого сплава ЭП975.

Большинство указанных недостатков, которые присущи методу пайки, принципиально можно избежать при сварке давлением, то есть методом сварки в твердофазном состоянии.

### *1.3.3 Методы и закономерности получения соединений в твердофазном состоянии*

Вопросу о формировании соединения материалов при сварке в твердом состоянии посвящено множество работ [9, 45, 109, 110, 115, 117, 118, 121, 122, 127, 129].

На сегодняшний день существующие точки зрения ученых, связанных с анализом механизмов образования ТФС в процессе СД, условно можно разделить на две группы: диффузионную теорию формирования ТФС и деформационную. Ученые первой группы считают, что определяющую роль в образовании ТФС играет диффузия. В этом случае ТФС образуется в результате процессов массопереноса: взаимного перемещения атомов с контактирующих поверхностей вглубь соединяемых сплавов. Считается, что существует минимальная ширина зоны взаимной диффузии, обеспечивающая получение качественного ТФС. Выделение диффузии как основного механизма формирования соединения отражено в названии метода – диффузионная сварка, которое прочно закрепилось как в России, так и за рубежом [115, 117, 121, 122]. Сторонники деформационной теории считают, что образование соединения при сварке в твердом состоянии имеет преимущественно деформационную природу. Одно из первых описаний процесса формирования ТФС, где отмечается необходимость сварочного давления для достижения прочного ТФС было выполнено в работе [127], при этом учитывалась лишь пластическая деформация микронеровностей на поверхностях соединяемых образцов. Кроме этого, одной из проблем, возникающих при создании соединения для большинства металлов, является наличие оксидного слоя на поверхности заготовки, препятствующих образованию физического контакта и далее активации и схватыванию контактных поверхностей. И в этом случае деформация сплава необходима для разрушения таких оксидных слоев. Однако,

выделяя в качестве основного какой-либо фактор не учитывается, что сварка в твердом состоянии - сложный физический процесс. Поэтому одно и то же явление может играть положительную и отрицательную роль. Так, при сварке разнородных материалов диффузия может играть как положительную роль, так и отрицательную, например, в случае образования интерметаллидных хрупких частиц [121, 122]. В другой работе [129] приведены случаи получения равнопрочного сварного соединения разных тугоплавких металлов, в частности, молибдена и ниобия, ниже температуры рекристаллизации, где роль процессов объемной диффузии мала.

Таким образом, исходя из вышеизложенного можно утверждать, что при СД процесс образования ТФС соединения имеет как диффузионную природу, так и деформационную, учитывая важность как деформационных, так и диффузионных процессов. Образование ТФС при сварке происходит в результате деформационного и термического воздействия на соединяемые сплавы.

Последовательность формирования соединения при сварке проходит в три стадии [117, 121, 133]:

- 1) образование физического контакта, при котором возможно слабое химическое взаимодействие;
- 2) активация контактных поверхностей (образование активных центров);
- 3) объемное взаимодействие с образованием прочных химических связей.

Применительно к ЖНС важно отметить, что никелевые сплавы, имеют сложный химический состав и такие элементы как Cr, Al, Ni, которые на поверхности сплавов образуют прочные окисные пленки, например, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, NiO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [119, 148]. На свободных поверхностях такое покрытие является необходимым для повышения жаростойкости детали, чтобы исключить коррозию поверхности в процессе высокотемпературной эксплуатации в различных средах. Другим положительным свойством оксидного слоя на свободных поверхностях является то, что он противостоит проникновению кислорода в более глубокие слои металла и образованию хемсорбированного слоя. Однако оксидный слой на контактных поверхностях заготовок препятствует образованию физического

контакта и последующему схватыванию контактных поверхностей [117, 119, 121, 122, 144, 145, 148]. Таким образом, деформация выполняет следующие задачи:

1) разрушение и частичное удаление окисных пленок и загрязнений благодаря пластическому течению поверхностных слоев металла. Вследствие накопления достаточного количества энергии активации на контактных поверхностях происходит разрыв связей металла с кислородом ( $Me'-O$ ) и происходит образование новых связей между металлами ( $Me'-Me''$ ) [117, 148];

2) сближение свариваемых поверхностей на расстояния соизмеримые с межатомным и образование полного физического контакта. [117, 119, 121];

3) обеспечение активации поверхностей для протекания процессов диффузии или гетеродиффузии, а также, в некоторых случаях, для развития процессов рекристаллизации. Протекание таких релаксационных процессов необходимо для обеспечения прочности твердофазного соединения [117, 121, 122].

Важно отметить, что при сварке однородных (одноименных) и разнородных сплавов критерии окончания третьей стадии могут быть различны. Критерием окончания сварки однородных металлов на третьей стадии является протекание рекристаллизации, приводящей к формированию общих зерен в зоне соединения [117, 121, 122]. Однако в случае сварки разнородных материалов, заметно различающихся по химическому и фазовому составу, получение качественного ТФС в значительной степени определяется возможностью развития процессов гетеродиффузии. При этом свойства ТФС существенно зависят от фаз, формирующихся в переходной диффузионной зоне, и их морфологии [121, 122].

Кроме деформации на качественное прохождение всех стадий формирования ТФС оказывает вакуум. После того как оксидная пленка на поверхности сплава «содрана» либо удалена за счет растворения кислорода под воздействием высокой температуры вглубь металла, создается абсолютно чистая (ювенильная) поверхность. Но и в этом случае необходимо наличие активных центров, способствующих образованию связи между металлами. Без активации атомы металла вновь образуют связь с кислородом. Следовательно, для уменьшения

частоты возникновения таких связей с кислородом необходимо обеспечить глубокий вакуум в процессе сварки [117, 119, 126, 148]. Существенное влияние на формирование ТФС оказывает также температура. С повышением температуры сопротивление деформации материалов снижается, а диффузионная подвижность атомов увеличивается, энергетический барьер становится меньше, протекание диффузионных процессов ускоряется, что безусловно влияет на получение ТФС.

### *1.3.4 Сварка трением*

В государственном стандарте Р ИСО 857-1-2009 дано определение процессу сварки трением – это сварка давлением, при которой поверхности разогреваются трением, путем вращения одной или обеих заготовок в контакте друг с другом или путем вращения отдельного третьего тела; сварка завершается приложением ковочного усилия, обычно после прекращения вращения. При сварке трением процесс образования ТФС можно разделить на следующие стадии: 1) под воздействием сил трения происходит «сдираание» оксидных пленок. 2) вследствие возвратно-поступательных движений происходит локальный разогрев контактных поверхностей свариваемых материалов до пластичного состояния, возникает контакт, затем часть металла вместе с оксидами (грат) выдавливается из зоны стыка. 3) образование ТФС со свойствами близкими или равными основному металлу при сварке однородных материалов.

Применительно к ЖНС имеются различные результаты, представленные в работах [45, 100, 118-114].

Известно, что сплав Inconel 718 является свариваемым сплавом. В работе [112] показана эффективность метода линейной сварки трением для сплава Inconel 718. Образовано соединение без оксидов, пор или загрязнений, изменений текстуры, но при этом в зоне соединения прошла динамическая рекристаллизация. После сварки твердость увеличилась до пика на границе раздела сварного шва, что может быть связано с влиянием измельчения зерна в этой области. На этом же сплаве показана эффективность использования инерционной сварки трением [114] при сварке со сплавами Inconel 718, Incoloy 909, U 720LI, Rene88DT. Однако, по

результатам исследований авторы показали, что в зонах ТФС возникают области с растворенной  $\delta$ -фазой шириной до 350 мкм и частиц  $\gamma'$ -фазы шириной до 500 мкм, что приводит к падению твердости.

В работе [110] на примере сплава IN 738 показали, что линейная сварка трением оказалась эффективной для получения ТФС. Но процесс линейной сварки трением сопровождался значительными микроструктурными изменениями в поперечном направлении по отношению к границе раздела: в зоне соединения произошло полное растворение упрочняющих выделений  $\gamma'$ -фазы на расстоянии  $\sim$  600 мкм по обе стороны от границы раздела. После сварки во время охлаждения сварного шва произошло выделение очень мелких частиц  $\gamma'$ -фазы, что способствовало повышенной микротвердости ближе к линии шва. В отличие от общего предположения, что сварка трением происходит исключительно в твердом состоянии, при сварке трением сплава IN 738 на контактных поверхностях произошло оплавление. Аналогичный эффект обнаружен при линейной сварке трением образцов из жаропрочного сплава CMSX486 с монокристаллической структурой [108], в которой причину оплавления связывают с образованием оксида гафния на поверхности монокристалла.

При оценке свариваемости сплава ЭП742 методом линейной сварки трением авторами работы [111] показано, что макродефектов в виде непроваров и несплошностей в зоне сварного соединения не наблюдается. Вместе с тем отмечается наличие множества пор по границам зерен и в тройных стыках, а также цепочек грубых выделений карбидов, что, вероятно, приводит к уменьшению прочности сварного соединения и способствует возникновению и развитию трещин при линейной сварке трением.

Наиболее интересные исследования связаны с изучением влияния метода сварки трением при соединении монокристаллического сплава с поликристаллическим. Так, в статье [45] проведен фрактографический анализ разрушенных сварных образцов из сплавов ВКНА-25 и ЭП975, полученных линейной сваркой трением. Авторы [45] показали, что изломы разрушенных

образцов по краям характеризуются преимущественно межзеренным разрушением, оплавлением границ зерен, наличием плоских сколов. В зоне разрушения обнаружены хрупкие частицы и вторичные трещины.

Авторы зарубежной работы [109] показали, что в результате линейной сварки трением монокристаллического никелевого сплава DD6 с поликристаллическим суперсплавом на основе никеля соединение имеет четко выраженную зону сварного шва и зону, подверженную термомеханическому воздействию. Микроструктура ТФС имеет рекристаллизованные поликристаллы вместо монокристалла (Рисунок 1.16). Количество  $\gamma'$ -фазы увеличивалось от границы зоны, подверженной термомеханическому воздействию, и зоны ТФС до исходного материала и уменьшалась от периферии к центру вдоль сварного шва. ТФС характеризуется пиком по микротвердости, что обусловлено мелким кристаллизованным зерном. Средняя прочность на разрыв оказалась равной  $837,5 \pm 50$  МПа и сравнима с основным материалом, где прочность составила 880 МПа.

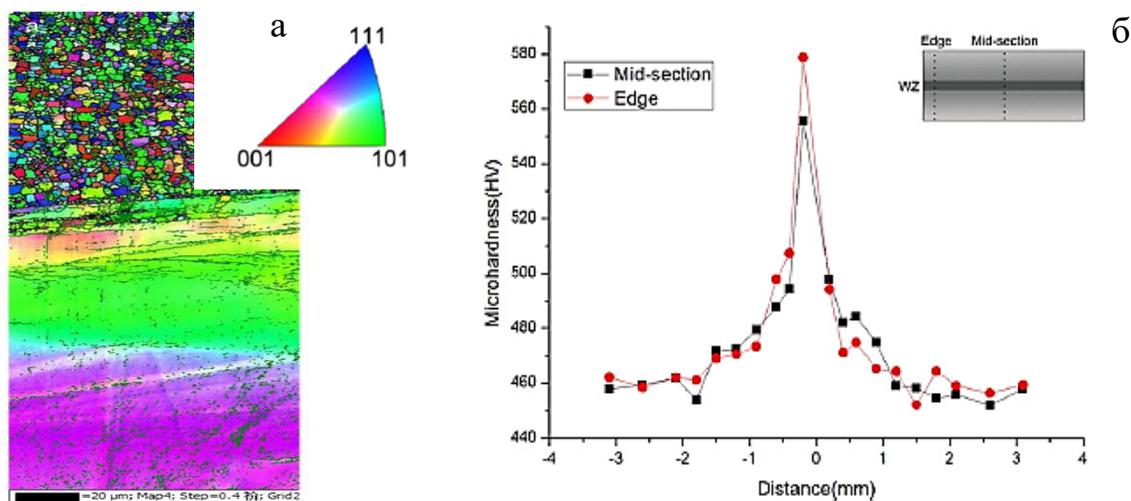


Рисунок 1.16 – EBSD карты (а) и распределение микротвердости (б) в зоне ТФС при линейной сварке трением сплавов на основе никеля: монокристаллического сплава DD6 с поликристаллическим суперсплавом [109]

Таким образом, несмотря на положительные моменты, такие как малая продолжительность процесса и потенциальная возможность достижения

качественных соединений, данный способ имеет ряд следующих недостатков: 1) градиент температур вблизи зоны соединения; 2) термические и фазовые напряжения, приводящие к образованию микротрещин. И что важно, практически всегда наблюдаются значительные микроструктурные изменения в поперечном направлении и образование рекристаллизованных зерен в зоне соединения. Это обстоятельство при сварке сплава с монокристаллической структурой имеет особое значение, так как нарушает не только ориентацию, но и ухудшает свойства в зоне ТФС.

### *1.3.5 Диффузионная сварка*

Кинетика и механизм формирования ТФС при диффузионной сварке заметно отличаются от параметров формирования твердофазного соединения в условиях больших деформаций, когда определяющими являются деформационные процессы, например, СП деформация [15, 117, 121, 122, 131-133]. Термин «диффузионная сварка» [115] был введен профессором Н.Ф. Казаковым. Отличительной особенностью диффузионной сварки, согласно авторскому определению Казакова Н.Ф., следует считать ее осуществление в вакууме при температуре, не ниже  $0,8 T_{пл}$  под действием напряжений, не превышающих предела текучести материала. Процесс диффузионной сварки подразумевает пластическую деформацию ползучести, как правило, в пределах до 5%. Тем не менее, в научно-технической литературе, особенно в зарубежной, вместо термина «сварки давлением» более популярен термин «диффузионная сварка».

Диффузионная сварка никелевых сплавов весьма эффективный способ получения ТФС. В работе [116] изучали возможность диффузионной сварки ЖНС типа Inconel 718 через никелевую прокладку. Показано, что использование в качестве прокладок чистого никеля не эффективно, поскольку это приводит к значительному снижению жаропрочности сварных образцов. В другой работе [123] диффузионная сварка оказалась весьма эффективной для соединения монокристаллического суперсплава на основе Ni и поликристаллического суперсплава на основе Ni. Ширина диффузионной зоны составляла 35 мкм,

прочность на сдвиг составила 432 МПа. Авторы другой работы [124] показали эффективность диффузионной сварки при соединении монокристалла, при этом температуры для сварки достигали до 1250 °С. Работы в этом направлении представлены в основном в виде патентов (US20020104875 A1, US 20040050909 A1, US 6464129 B2, EP 0155490 A1 (получение соединения двух никелевых суперсплавов через прослойку из никелевого сплава без упрочняющих фаз), EP 1216784 A2 (сварка давлением пластин из суперсплавов с использованием легкоплавкой промежуточной прослойки), EP2383438A2).

Одной из проблем, возникающих при СД большинства металлов, является наличие оксидного слоя на поверхности заготовки, препятствующих образованию физического контакта и далее активации и схватыванию контактных поверхностей [118, 144, 145, 149]. Так, например, диффузионная сварка алюминиевых сплавов затруднена из-за наличия на поверхности плотной термодинамически стабильной оксидной пленки [150, 151]. Особенности диффузионной сварки никеля и его сплавов определяются их свойствами и составом, в частности термодинамической прочностью оксидной пленки, сопротивлением ползучести и деформационной способностью металла. При этом, как отмечено выше, деформация при сварке способствует разрушению оксидного слоя. Кроме этого, удаление кислорода может быть обусловлено его частичной диффузией при сварке в глубь металла. В литературе имеются данные показывающие, что длительность растворения оксидной пленки толщиной 0,005 мкм в никеле при температуре 1173...1473 К изменяется от нескольких секунд до десятых долей секунды. Учитывая указанную растворимость кислорода в никеле, повышение глубины вакуума и температуры будут оказывать также положительное влияние на очищение поверхности [148].

### *1.3.6 Сварка давлением с использованием сверхпластичности*

Согласно ГОСТ 2601-84 сварка с применением давления осуществляется за счет пластической деформации свариваемых частей при температуре ниже температуры плавления. Важным преимуществом СД является то, что этот метод

позволяет управлять физико-химическими процессами формирования ТФС за счет регламентированного термомодеформационного воздействия, сохраняя при этом исходные свойства свариваемых металлов.

СД позволяет получить качественное ТФС без существенного изменения структуры исходного материала [15, 135, 138]. На рисунке 1.17 представлена схема формирования ТФС при СД в условиях СП [139]. Физическим явлением, лежащим в основе указанного метода, является СП деформация, которая определяет возможность ускоренного создания «физического» контакта соединяемых образцов в результате развития кооперированного зернограницного проскальзывания зерен [131] и традиционного ЗГП [130].

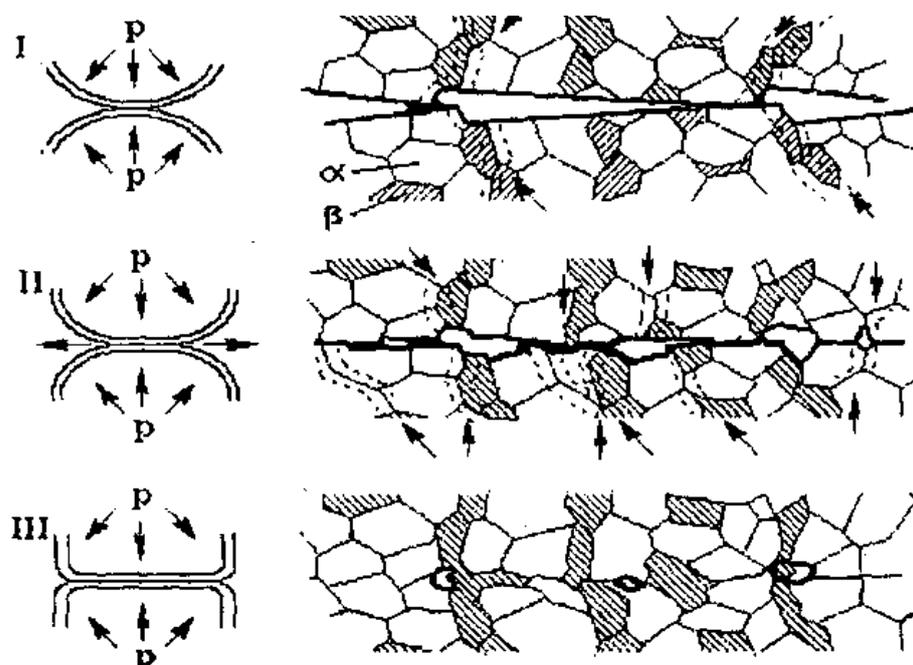


Рисунок 1.17 – Схема формирования ТФС в условиях сверхпластической формовки титанового сплава ВТ6 [131]

Образование ТФС в условиях СП можно разделить на 3 этапа (Рисунок 1.17) [131, 139]:

I. Формирование первичных очагов схватывания в зоне выхода на поверхность полос кооперированного зернограницного проскальзывания.

II. Увеличение площади контакта и изменение характера деформации в зоне соединения.

III. Устранение поверхности раздела и залечивание пор.

Авторами работы [140] были выполнены прицельные эксперименты, направленные на исследование влияния сверхпластической деформации на залечивание поры в зоне ТФС. Было установлено, что в процессе сверхпластической деформации в результате развития зернограницного проскальзывания происходит разворот, смещение зерен и деформационное схлопывание пор (Рисунок 1.18).

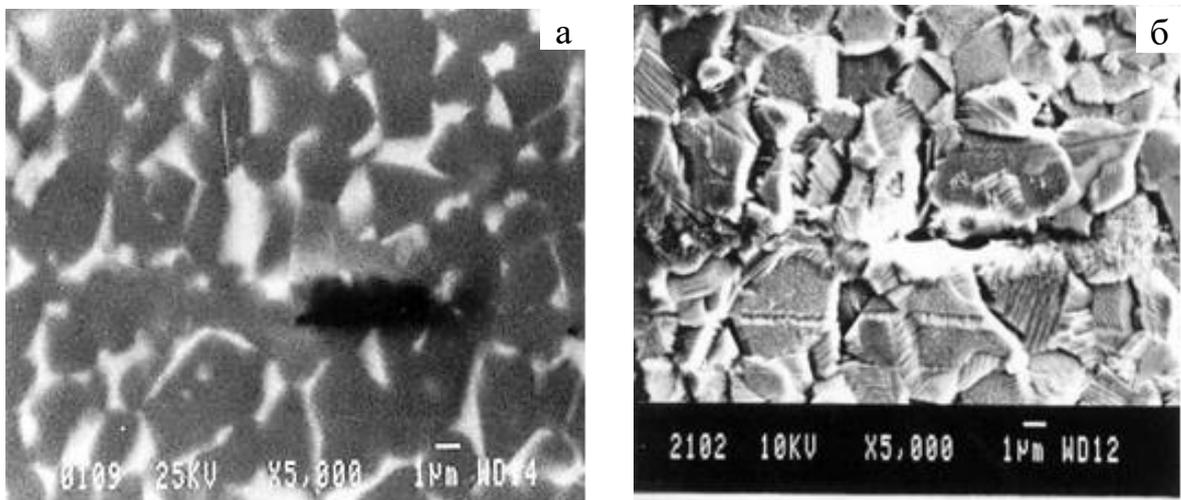


Рисунок 1.18 – Микроструктура локальной зоны ТФС при «захлопывании поры» в процессе СД в условиях СП титанового сплава ВТ14 [140]

В работе [141] показано, что в сплаве ЖС6У на свариваемость одноименных жаропрочных никелевых сплавов ЖС6У//ЖС6У решающее влияние оказывает структура, сформировавшаяся при нагреве до температуры сварки. Сварное соединение наилучшего качества можно получить при температурно-скоростных условиях, соответствующих диапазону сверхпластической деформации сплава.

В работе [134] изучено формирование ТФС в сплаве Inconel 718, который является аналогом отечественного сплава ЭК61. Сплав Inconel 718 имеет хорошую свариваемость, но низкую, относительно других ЖНС, жаропрочность.

Температура и скорость деформации для получения неразъемного ТФС из одноименных образцов Inconel 718//Inconel 718 были выбраны на основании результатов исследований СП образцов с МЗ и УМЗ структурой. Для КЗ состояния температурно-скоростным режимам деформации, при которой интенсивно развивается динамическая рекристаллизация. Авторы показали, что в сплаве с КЗ структурой ТФС без микропор образуется при температуре выше 950 °С и скорости деформации  $3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Снизить температуру сварки возможно за счет использования сплава с предварительно подготовленной МЗ и УМЗ структуры. Например, при температурах 750...900 °С со степенями деформации 20...40% было получено ТФС без видимой линии раздела даже после травления шлифа. Но в выше приведенных работах [134] не были приведены результаты механических испытаний по оценке прочности ТФС на отрыв, что затрудняет оценку качества полученных ТФС.

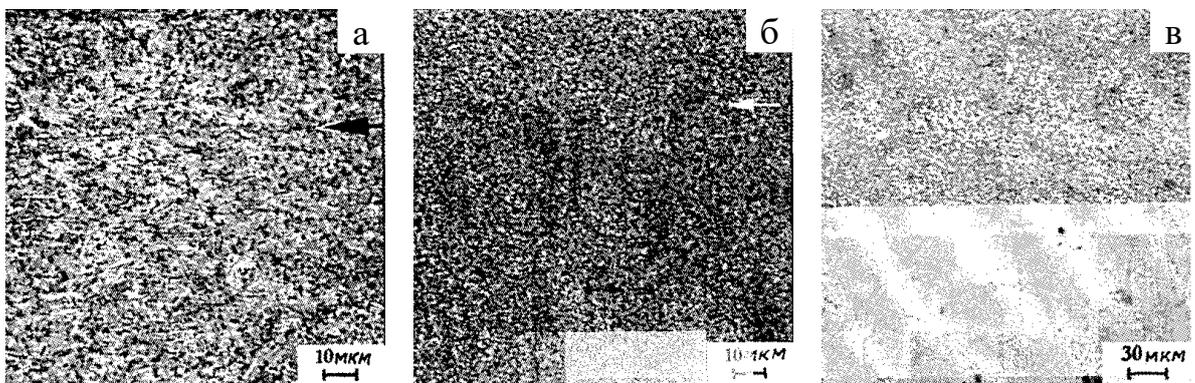


Рисунок 1.19 – Микроструктура локальных участков зоны ТФС из сплава Inconel 718: а – МЗ/МЗ при температуре 800 °С; б – УМЗ/УМЗ при температуре 750 °С; в – КЗ/МЗ при температуре 850 °С [134]

Таким образом, при СД сплавов с УМЗ структурой становится возможным существенное снижение температуры формирования качественного ТФС за счет реализации эффекта низкотемпературной СП [15, 134]. Причем вклад в формирование качественного ТФС вносит не только локализация деформации в зоне соединения, но и диффузия по границам зерен. В последнем случае возможно

существенное повышение вклада диффузии по сравнению с КЗ состоянием, поскольку в УМЗ состоянии существенно возрастает протяженность границ зерен, что увеличивает вклад зернограничной диффузии.

## **1.4 Термическая обработка жаропрочных сплавов на основе никеля**

### *1.4.1 Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочных никелевых сплавов*

Известно, что ЖНС при эксплуатации подвергаются воздействию высоких температур и нагрузок [1-3, 8-14, 16]. Между жаропрочными свойствами и размером зерна имеется тесная связь: чем крупнее зерно, тем более высокими жаропрочными свойствами обладает сплав, максимальные характеристики достигаются в монокристаллическом сплаве [2]. В деталях стремятся сформировать такую микроструктуру, которая будет обеспечивать достижение оптимального комплекса свойств. Известно [6, 7, 71], что после сверхпластической деформации структура деформированных заготовок из ЖНС сохраняется МЗ, или УМЗ, или даже НК структурой дуплексного типа, в зависимости от исходной до деформации структуры. При этом следует отметить, что  $\gamma'$ -фаза в такой структуре присутствует в виде глобулярных некогерентных выделений и поэтому не обеспечивает требуемый уровень жаропрочных свойств. Поэтому после сверхпластической деформации необходимо проведение ТО для восстановления жаропрочных свойств [2, 3, 7, 8]. Такая ТО, как правило, включает обработку на твердый раствор (закалку) и последующее старение [8]. Следует отметить, что при закалке ЖНС для полного подавления распада пересыщенного  $\gamma$ -твердого раствора необходимо обеспечить скорость охлаждения более чем  $10^4$  К/мин [151], что является трудно достижимым на практике. Закалка с высокими скоростями массивных заготовок из высоколегированных никелевых сплавов может привести к возникновению значительных термических напряжений. Поэтому применительно к высоколегированным сплавам, например, ЭП975 на практике

охлаждение с высокой температуры закалки проводят на воздухе, либо осуществляют замедленное охлаждение с заданной скоростью. Поэтому после охлаждения с такими скоростями всегда успевают выделиться дисперсные частицы  $\gamma'$ -фазы. Температура нагрева под закалку зависит от состава сплава и обычно находится в интервале от 1080 до 1220 °С [152]. В работе [153] показано, что для отечественных серийных дисковых сплавов ЭП975 и ЭП975А с высокой объемной долей (55-60%) для обеспечения максимальных жаропрочных свойств ЖНС проводят закалку с регламентированным охлаждением и последующее старение, в результате которого происходит дополнительное выделение, а также формирование частиц  $\gamma'$ -фазы, карбидов и боридов необходимых размеров и морфологии.

В литых сплавах, как известно [14, 46, 57], при литье неизбежно возникает химическая ликвация, для устранения которой проводят высокотемпературную ТО, представляющую собой гомогенизирующий отжиг. Структура сплавов на основе интерметаллида  $Ni_3Al$ , которые являются естественными эвтектическими композитами, термически стабильна вплоть до температуры плавления. Материалы способны выдерживать высокотемпературные нагрузки без применения специальной ТО [14, 154-156]. Например, авторы работы [14, 156] показали, что после отжига при 1250 °С интерметаллидный сплав на основе  $Ni_3Al$  сохраняет значения механических свойств даже после длительного отжига при 1250 °С. Такой эффект авторы объясняют упорядоченной структурой сплавов этого класса и, как следствие, низкой диффузионной подвижностью атомов легирующих элементов в объеме при высоких температурах. Несмотря на высокую стабильность таких сплавов, все же химический состав оказывает влияние на микроструктуру. Например, в сплаве ВИН 4 при длительных выдержках может произойти частичный распад  $\gamma$ -твердого раствора с выделением дополнительных фаз [14, 156], в отличие от него сплав ВКНА-25 стабилен.

### *1.4.2 Влияние термической обработки на структуру и свойства сварных соединений*

Термическая обработка (ТО) сварных соединений позволяет снизить сварочные напряжения, а также повысить механические свойства [45, 117, 119, 121, 122, 157-159]. Благодаря ТО в сварных соединениях, полученных в твердом состоянии (при СД), наиболее полно проходит стадия объемного взаимодействия за счет диффузии легирующих элементов. При этом необходимо помнить, что развитие или ограничение диффузии определяется фазами, которые формируются в диффузионной зоне [117, 119, 121, 122].

Авторы работы [157] показали, что термическая обработка при температуре 732 °С сварных соединений из сплава IN718, полученных инерционной сваркой трением, позволяет снять остаточные напряжения в сварном соединении до уровня ниже 400 МПа.

В работе [158] авторы показали, что в сварных соединениях из сплава ХН80МБТЮА, полученных диффузионной сваркой, после ТО: двойная стабилизация при 1000 °С в течение 2 часов и при 750 °С в течение 20 часов, достигнуты свойства сварного соединения при нормальной и рабочей температурах на уровне основного материала. Но разрушение сварных соединений сплава ХН80МБТЮА наблюдали в зоне соединения, где металлографически обнаруживали микронесплошности и следы оксидных пленок, снижающих пластические свойства.

В работе [45] проведено исследование влияния различных режимов ТО на сварные соединения, полученные сваркой трением. Авторы проводили ТО по режиму, рекомендованному для сплава ЭП975. Авторы выбрали режим ТО, в результате которого происходит выравнивание и стабилизация структуры, что приводит к повышению характеристик пластичности и прочности в зоне соединения, но на основной сплав ВКНА-25 указанная ТО влияния не оказывает. В другой работе [100], где из аналогичных сплавов получено неразъемное соединение диффузионной пайкой тоже проанализировано влияние ТО на качество

соединения. Авторы этой работы установили, что в процессе диффузии между припоем и соединяемыми сплавами происходит выравнивание химического состава соединяемых материалов и паяного шва. За счет диффузии атомов бора преимущественно в сплав ЭП975 в паяном шве исчезает боридная эвтектика, образуя бориды на границах зерен. В монокристаллическом сплаве ВКНА-25 боридные выделения представляют собой мелкие включения.

В работе зарубежных исследователей [159], сварные соединения из сплавов на основе никеля Alloy 617 and Haynes 230, полученные диффузионной сваркой подвергли ТО. Показано, что ТО позволяет повысить прочность и пластичность таких соединений. При этом отмечено, что при комнатной температуре разрушение происходит по основному материалу, а при высокой температуре 900 °С по линии соединения.

Таким образом, анализ научно-технической литературы позволяет предположить, что при СД сплавов на основе никеля ТО может заметно улучшить качество сварных соединений, а также уменьшить химическую и структурную неоднородность, устранить некоторые дефекты сварки и тем самым повысить механические свойства, жаропрочность и уменьшить склонность к хрупкому разрушению.

### 1.5 Постановка цели и задач исследования

Для авиадвигателестроительных предприятий проблема повышения экономичности производства ГТД в значительной степени может быть решена за счет разработки и внедрения новых ресурсосберегающих технологий, в том числе, основанных на использовании эффекта СП в технологических процессах изготовления деталей ГТД, особенно из ЖНС. Другой, не менее важной, является проблема повышения энергоэффективности газотурбинного двигателя нового поколения, которая в настоящее время является одной из главных проблем современного авиадвигателестроения. Решение указанной проблемы возможно разными путями, в частности :1) увеличение температуры рабочего газа перед входом в турбину достигается за счет использования новых высокожаропрочных сплавов на основе никеля с повышенным комплексом эксплуатационных свойств; 2) уменьшение массы подвижных частей двигателя за счет оптимизации конструкции, применения неразъемных деталей из разноименных жаропрочных сплавов.

Анализ современных тенденций развития материалов и технологий, приведенный в обзоре литературы, свидетельствует, что одной из наиболее актуальных является материаловедческая задача, связанная с разработкой оптимальных термомеханических режимов получения качественных ТФС из разноименных жаропрочных сплавов на основе никеля, которые позволят обеспечить прочность таких соединений на уровне не ниже прочности одного из соединяемых материалов. Такие неразъемные соединения из разноименных ЖНС, например, ЭП975//ВКНА-25, различающихся по прочностным и жаропрочным свойствам, остро востребованы при разработке ресурсосберегающих технологий получения биметаллических деталей, в частности, типа «БЛИСК», предназначенных для использования в ГТД нового поколения. В связи с вышеизложенным сформулирована цель настоящей диссертационной работы:

**Цель работы:**

Разработать научно-обоснованные режимы СД с использованием эффекта структурной СП для изготовления модельных образцов с ТФС между литыми монокристаллическими интерметаллидными сплавами типа ВКНА на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  и деформируемыми поликристаллическими никелевыми сплавами ЭК61 и ЭП975.

Для достижения цели решались следующие частные задачи:

1. Установить режимы получения УМЗ структуры и ее влияние на проявление эффекта низкотемпературной СП в деформируемых никелевых сплавах ЭК61 и ЭП975 с различным типом упрочняющей фазы:  $\gamma''\text{-Ni}_3\text{Nb}$  и  $\gamma'\text{-Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ , соответственно.
2. Провести физическое и компьютерное моделирование СД литых монокристаллических сплавов типа ВКНА с деформируемыми сплавами ЭК61 и ЭП975.
3. Изучить влияние исходной структуры сплава ЭП975 на формирование ТФС при СД со сплавом ВКНА-25.
4. Исследовать влияние температуры и степени деформации на микроструктуру, изменение фазового состава в зоне ТФС и свойства сварных соединений литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 с деформируемым сплавом ЭП975.
5. Оценить влияние термической обработки на микроструктуру и свойства ТФС из литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 с деформируемым сплавом ЭП975.

## ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Работа выполнена с использованием научно-исследовательского оборудования Центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

### 2.1 Обоснование выбора материалов для исследования

В качестве материалов для исследований были выбраны деформируемые никелевые сплавы ЭП975 (таблица 2.1), разработанный в ФГУП ВИАМ [12, 18, 24] и ЭК61 [42, 43] (Энергомаш), а также монокристаллические интерметаллидные на основе  $Ni_3Al$  (разработанные в ФГУП ВИАМ): ВКНА-25 и экспериментальный сплав ВКНА-моно (таблица 2.2).

Сплав ЭК61 относится к классу свариваемых никелевых сплавов, согласно данным обзора научной литературы [42, 43], в отличие от сплава ЭП975, а также интерметаллидных сплавов типа ВКНА, которые являются трудносвариваемыми сплавами традиционными методами сварки плавлением [45, 103]. Поэтому сплав ЭК61 был выбран в качестве модельного материала при проведении экспериментов (физическое моделирование) по изучению влияния исходной микроструктуры на твердофазную свариваемость одноименных и разноименных сплавов на основе никеля.

Ранее в обзоре литературы было отмечено, что перспективными материалами для изготовления детали типа «БЛИСК» являются сплав ЭП975 (самый жаропрочный серийный деформируемый сплав), применяемый для изготовления дисков ГТД, а также интерметаллидный сплав ВКНА-25 с монокристаллической структурой, из которого предполагается изготавливать лопатки биметаллической детали [9, 45]. Поэтому комбинация разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 была выбрана в качестве основной для исследования закономерностей формирования ТФС при сварке давлением в условиях сверхпластичности и оценки качества по микроструктуре и прочности сварных образцов, в том числе после ТО.

Таблица 2.1 – Химический состав исследованных жаропрочных никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975 (масс.%) [160].

Сплав	Al	Cr	Co	Fe	W/	V	Mo	Ti	Nb	Cu	C	La	Ni
ЭК61	1,0	16,6	-	15,0	-	0,5	3,9	0,8	5,0	0,5	≤0,05	-	Осн.
ЭП975	4,8	8,2	15,1	-	10,2	-	1,2	2,4	1,5	-	0,06	≤0,01	

Таблица 2.2 – Химический состав исследованных интерметаллидных сплавов на основе Ni<sub>3</sub>Al [160, 161]

Сплав	Al	Cr	W	Mo	Ti	Co	La	Re	Ni
ВКНА-25	8,4	5,8	3,0	5,0	0,5	4,5	-	1,4	Осн.
ВКНА-моно	8,5	5,0	2,3	5,0	1,5	-	0,015	-	

### 2.1.1 Деформируемые никелевые сплавы

Для формирования в исследуемых сплавах ЭК61 и ЭП975 МЗ, а также УМЗ структуры с размером зерен и фаз менее 1 микрон, структуры дуплексного типа был использован разработанный, запатентованный и описанный в работах [5-7, 81, 82, 86, 87] методологический подход по получению в объемных заготовках из ЖНС таких структурных состояний.

#### *Никелевый сплав ЭК61.*

Исходное состояние. В исходном состоянии сплав ЭК61 был в виде горячедеформированного прутка диаметром 80 мм. Химический состав сплава ЭК61 по данным сертификата качества № 26-254 приведен в таблице 2.1. Структура сплава в исходном состоянии крупнозернистая. Размер зерен  $\gamma$ -фазы 62 мкм с наноразмерными (порядка ~ 40 нм) частицами упрочняющей  $\gamma''$ -фазы.

Формирование УМЗ структуры. Для получения поковок с УМЗ структурой в сплаве ЭК61 проводили ДТО с использованием схемы ВИК [77], представленной на рисунке 2.1, а на гидравлическом прессе усилием 6,3 МН, который оснащен

изотермическим штамповым блоком [77, 162, 163]. ВИК проводилась в интервале температур 950...850 °С (ВИК-I) и 950...750 °С (ВИК-II) с поэтапным снижением температуры (Рисунок 2.1). При каждой температуре проводили 3–4 осадки с последовательным поворотом оси деформации на 90° (Рисунок 2.1 а). Скорость деформации составляла  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-2} \dots 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Суммарная степень деформации для образцов, полученных по режиму (ВИК-I) составила  $e \approx 8$ , а по режиму (ВИК-II)  $e \approx 11$ . На заключительной стадии ВИК была проведена протяжка заготовки до размера  $40^{\pm 2} \times 40^{\pm 2} \times 250^{\pm 5} \text{ мм}^3$ .

Формирование НК структуры. Получение НК структуры в сплаве ЭК61 проводилось методом ИПД на наковальнях Бриджмена при комнатной температуре. Образцы для кручения: диски диаметром 10 мм и толщиной 1,27 мм [162]. Условия кручения: давление - 40 т.; число оборотов - 5; скорость кручения - 2 оборота в минуту; степень деформации  $e = 5$ . По формуле, приведенной в работе [78], определяли степень деформации  $e$  для точек образца, расположенных на середине радиуса.

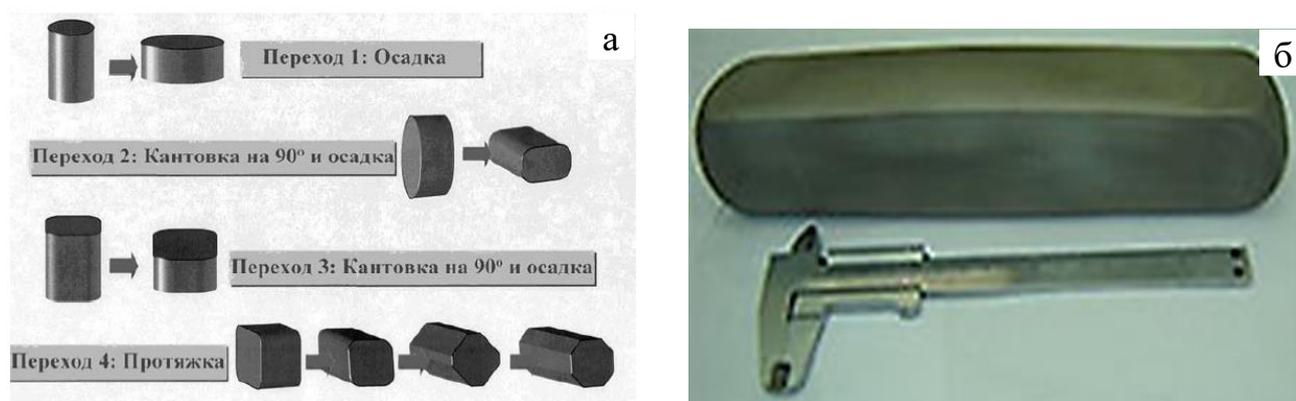


Рисунок 2.1 – Схема ВИК (а) [77] и заготовка из сплава ЭК61 после ВИК-I (б)

*Никелевый сплав ЭП975.* Для исследований были использованы заготовки с МЗ структурой дуплексного типа, вырезанные из штамповки диска из сплава ЭП975 диаметром  $\sim 550$  мм, которая ранее была изготовлена на прессе усилием 1600 т.с. с применением изотермического блока УИШБ-510 и подкладных

штамповых вставок из сплава ЖС6У в рамках договора № 3860 между ИПСМ РАН и ФГУП «ВИАМ». В данной работе это состояние рассматривали как исходное. Мелкозернистая структура сплава ЭП975 представляла собой зерна матричной  $\gamma$ -фазы со средним размером  $8 \pm 1,5$  мкм и некогерентные выделения  $\gamma'$ -фазы  $3,2 \pm 1,1$  мкм. Суммарная объемная доля крупных и мелких выделений упрочняющей фазы ( $V_{\gamma'}$ )  $V_{\gamma'} = 55\%$ .

Для формирования УМЗ структуры в сплаве ЭП975 были использованы заготовки размером  $50 \times 60 \times 80$  мм<sup>3</sup>, вырезанные из штамповки с МЗ структурой, подвергли низкотемпературной деформационно-термической обработке в интервале температур  $1000 \dots 950$  °С, в том числе с использованием схемы ВИК, на гидравлическом прессе усилием 6,3 МН, суммарная степень деформации для образцов составила  $e \approx 2,7$ .

### *2.1.2 Интерметаллидные сплавы на основе $Ni_3Al$*

Для исследований были выбраны следующие сплавы: ВКНА-25 и экспериментальный сплав ВКНА-моно (Таблица 2.2). Заготовки из указанных сплавов представляли собой отливки в виде цилиндрических прутков диаметром 15,7 мм и длиной 180...190 мм, которые были изготовлены во ФГУП «ВИАМ» и переданы в ИПСМ в рамках совместных проектов РФФИ №13-08-12200 офи-м (2013...2015 гг.) и РФФИ № 18-19-00685 (2018...2020 гг.) [161, 164-167]. Сплавы с монокристаллической структурой из интерметаллидных сплавов типа ВКНА с заданной кристаллографической ориентацией (КГО) [001] были изготовлены во ФГУП «ВИАМ» [164] методом высокоградиентной направленной кристаллизации [57].

### *2.1.3 Подготовка образцов для исследований*

Для исследования металлографическим и электронно-микроскопическим методами (шлифы и фольги), а также для проведения механических испытаний на сжатие и растяжение, для проведения экспериментов по сварке давлением с

использованием сверхпластической деформации образцы вырезались на электроэрозионных станках А-207 и АРТА-120.

## 2.2 Механические испытания

### 2.2.1 Испытания на одноосное растяжение

Механические испытания на растяжение проводили на испытательных машинах Instron 5982 и Instron 1185. Для исследования сверхпластических свойств сплавов ЭК61 и ЭП975 из полученных в данной работе объемных заготовок с УМЗ и МЗ структурой были вырезаны плоские образцы с размерами рабочей части 10x2x3 мм<sup>3</sup>. Испытания осуществлялись в интервале 600...1000 °С и скоростей деформации 10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>...10<sup>-4</sup> с<sup>-1</sup>. По результатам механических испытаний определяли значения напряжения сверхпластического течения, значения относительного удлинения, а также предел прочности  $\sigma_B$ . Результаты испытаний выводились в цифровой форме в виде двух колонок со значениями усилия и соответствующего перемещения траверсы, а затем строили диаграммы «напряжение – деформация», учитывая изменение площади поперечного сечения.

Параметр скоростной чувствительности напряжения течения от скорости деформации ( $m$ ) является одной из основных характеристик СП материала. Коэффициент  $m$  определяли методом ступенчатого изменения скорости деформации. Расчет значения параметра скоростной чувствительности « $m$ » производили по следующей формуле 2.1 [6]:

$$m = \frac{\lg(\sigma_2/\sigma_1)}{\lg(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} = \frac{\lg(P_2/P_1)}{\lg(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)} \quad (2.1)$$

где  $\sigma$  - напряжение течения,  $\dot{\epsilon}$  - скорость деформации,  $P$  - усилие.

### 2.2.2 Испытания на одноосное сжатие

Эксперименты на одноосное сжатие (осадка) проводили на универсальном динамометре RMS-100 фирмы «Schlenck» с нагрузкой до 100 кН. Контроль температуры осуществлялся с помощью измерителя-регулятора Овен ТРМ 148 с термопарой типа ТХА. Каждый образец до и после испытаний измеряли. Результаты испытаний выводились в цифровой форме в виде двух колонок со значениями усилия и соответствующего перемещения траверсы. По результатам механических испытаний строили диаграммы « $\sigma$ - $\epsilon$ », учитывая равномерное изменение площади поперечного сечения в процессе эксперимента. Используя полученные диаграммы « $\sigma$ - $\epsilon$ », напряжение течения при сжатии  $\sigma_{40}$  определяли, как напряжение течения, соответствующее степени деформации  $\epsilon=40\%$ .

Для исследований влияния температуры деформации на микроструктуру деформируемых никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975 были подготовлены цилиндрические образцы диаметром 8 мм и высотой 12 мм с исходной УМЗ структурой, предназначенные для деформации на степень 40...75% по схеме одноосного сжатия в изотермических условиях в интервале температур 600...1125 °С и скоростей деформации  $10^{-3}$ ... $10^{-4}$  с<sup>-1</sup>.

### 2.2.3 Измерение микротвердости

Измерения микротвердости проводили на приборе МНТ-10 Microhardness Tester. Микротвердость исследуемых образцов после СД и ТО определяли в соответствии с ГОСТ 9450-76. Для измерения микротвердости по Виккерсу использовался алмазный индентор в форме четырехгранной пирамиды (угол при вершине  $\alpha=136^\circ$ ). Микроиндентирование проводили с нагрузкой 100 грамм, скорость нагружения 50 грамм/секунду, время выдержки 10 секунд. Микроиндентирование сварных образцов выполняли в основных материалах и в зоне ТФС. После микроиндентирования определяли диагональ отпечатка  $d$ , оставшегося на поверхности образца.

Для четырехгранной пирамиды с квадратным основанием значение микротвердости (HV) вычисляют по формуле 2.2 согласно ГОСТ 2999-75:

$$HV = 1,8544 \cdot 10^5 \cdot F / d^2, \quad (2.2)$$

где  $F$  – нагрузка в граммах,  $d$  – средняя величина диагонали отпечатка (среднее арифметическое двух диагоналей) по Виккерсу.

### 2.3 Сварка давлением в условиях сверхпластичности

СД как одноименных сплавов ЭК61, так и разноименных в сочетании «деформируемый сплав//литой интерметаллидный сплав» осуществляли в условиях СП деформируемых сплавов ЭК61 и ЭП975 по схеме одноосного сжатия. Перед СД поверхность образцов подвергалась механической полировке (шероховатость поверхности  $Ra=0,2$  мкм). Образцы из деформируемого сплава ЭК61 и экспериментального литого сплава ВКНА-моно использовали для оценки влияния рельефа соединяемых поверхностей на получение качественного ТФС из разноименных сплавов. Затем для перспективной комбинации ЭП975//ВКНА-25, согласно литературным данным [9, 100], проведены подробные исследования закономерностей формирования качественных ТФС. Разработанный способ соединения интерметаллидных сплавов на основе  $Ni_3Al$  с монокристаллической структурой с деформируемыми поликристаллическими сплавами защищен патентом РФ № 2608118 (Приложение А) [167].

#### 2.3.1 Моделирование сварки давлением

Конечно-элементное моделирование (КЭМ) проводили в двумерной постановке (плоское деформированное состояние) с помощью пакета прикладных программ DEFORM-2D [168-175]. КЭМ было проведено совместно с к.т.н. ИПСМ РАН А. Х. Ахуновой. Исследовали сварку давлением в двух сериях численных экспериментов: I. СД образцов из сплава ЭК61 в различных микроструктурных состояниях с плоской поверхностью соединения. Кроме этого, рассмотрена СД двух крупнозернистых образцов с использованием промежуточной сверхпластической прослойки [168, 169]. Геометрические размеры по осям X и Y

и:  $5 \times 5 \text{ мм}^2$ , а для прослойки значение толщины составило  $0,27 \times 5,00 \text{ мм}^2$ . II. СД образцов с рельефом на соединяемой поверхности интерметаллидного сплава [170-175]. Геометрические размеры по осям X и Y:  $5 \times 5 \text{ мм}^2$ . На поверхность образца из интерметаллидного сплава наносился рельеф (нижний образец). Поверхность образца из сверхпластичного сплава ЭК61 была плоской (верхний образец). Были рассмотрены следующие сочетания свариваемых поверхностей (Рисунок 2.2): 1) обе соединяемые поверхности были плоскими (а), 2) прямоугольный - рельеф в виде: квадратов со стороной 0,5 мм (б), 3) треугольный - равнобедренные треугольники с высотой 0,5 мм и углом у основания  $45^\circ$  (в), 4) синусоидальный - сегменты окружности радиуса 0,5 мм и углом раствора  $90^\circ$  (г), 5) трапециевидный - равнобедренные трапеции с длиной оснований 1 и 2 мм (д) и высотой 0,5 мм.



Рисунок 2.2 – Схема рельефа на свариваемой поверхности сплава ВКНА-моно:

а – плоская; б – прямоугольная; в – треугольная; в – синусоидальная;

д – трапециевидная

Механическое поведение деформируемого тела описывалось экспериментальными кривыми, полученными при одноосном сжатии кубических образцов при температуре сварки. Деформирующий инструмент считался абсолютно жестким.

### 2.3.2 Сварка давлением в вакууме на установке ИМАШ 20-78

СД одноименных сплавов ЭК61 с различной микроструктурой проводилась деформационным соединением образцов по схеме одноосного сжатия на установке типа ИМАШ 20 – 78 в условиях СП сплава ЭК61 с УМЗ структурой. Температуре при СД составила  $T=800 \text{ }^\circ\text{C}$ , скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , степень деформации до 50%, удельном давлении  $\sim 100 \text{ МПа}$ , вакуум  $2 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$ . После сварки была

определена прочность соединения, для этого вырезались гантели, при этом зона ТФС находилась на рабочей части.

Габаритные размеры соединяемых образцов: кубические образцы с УМЗ структурой, полученной по режиму ВИК-I и исходной КЗ структурой  $5 \times 5 \times 5$  мм<sup>3</sup>. Прослойка с исходной НК структурой, полученная на наковальнях Бриджмена,  $5 \times 5 \times 0,27$  мм<sup>3</sup>.

СД из разноименных сплавов на основе никеля сплава ЭК61 и литого монокристаллического интерметаллидного ВКНА-моно проводили в условиях сверхпластичности сплава ЭК61. СД деформационным соединением образцов, при температурах 800 °С и 850 °С, удельном давлении  $\sim 100$  МПа с начальной скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$  с<sup>-1</sup> в вакууме  $2 \cdot 10^{-3}$  Па [168, 169].

Для сравнения с результатами компьютерного моделирования влияния рельефа на формирование ТФС были проведены эксперименты по СД разноименных образцов из сплава ЭК61 со сплавом ВКНА-моно. Подготовлены несколько сочетаний свариваемых поверхностей (Рисунок 2.2). Соединяемая поверхность из сплава ЭК61 была плоской, габаритные размеры образцов  $5 \times 5 \times 5$  мм<sup>3</sup>. Методом электроэрозионной обработки на поверхности образцов из более твердого сплава ВКНА-моно был создан макрорельеф различной формы: синусоидальный; треугольный; трапецеидальный; прямоугольный; плоский. Габаритные размеры макрорельефа идентичные тем, которые приведены в разделе 2.3.1.

### *2.3.3 Сварка давлением в вакууме на установке Schenck Trebel*

СД при различных температурах из разноименных сплавов на основе никеля деформируемого сплава ЭП975 и интерметаллидных сплавов ВКНА-моно и ВКНА-25 проводили в условиях СП сплава ЭП975 с МЗ и УМЗ структурой. Для осуществления СД образцы соединяемых пар «деформируемый никелевый сплав // литой интерметаллидный сплав типа ВКНА» образцы помещали в контейнер, представляющий собой отрезок трубы (внутренний диаметр 16 мм, толщина стенки

3 мм) из нержавеющей стали длиной, равной суммарной высоте образцов из соединяемых сплавов. Необходимо отметить, что идея сварки в контейнерах первоначально была предложена в работе [176] для диффузионной сварки, и модернизирована в настоящей работе применительно к никелевым сплавам. К боковой поверхности трубы предварительно была приварена методом аргонодуговой сварки герметичным швом вакуумная трубка с внутренним диаметром 10 мм, а с торца нижнее доньшко диаметром 23 мм и толщиной 1,5 мм.

Дальнейшее упаковывание образцов в контейнеры и создание вакуума выполнялось по 2 вариантам:

*Вариант 1.* После установки образцов в контейнер также герметично приваривалось верхнее доньшко. При выполнении экспериментов в контейнере создавался вакуум, с остаточным давлением  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па.

*Вариант 2.* В отличие от первого варианта усовершенствование методики СД заключалось в следующем. К боковой стенке контейнера, с противоположной стороны от вакуумной трубки дополнительно приварена короткая (30...40 мм) трубка с внутренним диаметром 4 мм, предназначенная для обеспечения продувки внутренней полости контейнера инертным газом аргоном в момент приваривания верхней крышки к контейнеру с образцами, который подается через вакуумную трубку. Затем контейнер с приваренными к нему трубками (вакуумной трубкой длиной 25-35 мм и короткой трубкой) перед установлением в него заготовок (образцов) подвергался прокаливанию в печи при температуре 300...350 °С в течение 1 часа с целью удаления масложировых отложений, которые могли остаться на внутренних поверхностях контейнера и вакуумных трубок. Тем самым обеспечивается безокислительная среда внутри контейнера. После установки образцов в контейнер одновременно с приваркой верхнего доньшка обеспечивалось подсушивание заготовок за счет продувки аргоном внутренней полости контейнера с образцами. Комплекс указанных мероприятий позволил обеспечить безокислительную среду внутри контейнера с образцами, а также улучшить глубину вакуума на порядок, остаточное давление которого составило  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па.

Благодаря таким техническим приемам исключается перегрев заготовок и возникновение внутри контейнера горячей окислительной среды, и, как следствие, возможное окисление соединяемых поверхностей, что могло иметь место в случае применения первого варианта сварки давлением. После приварки верхнего доньшка конец тонкой трубки заваривался для обеспечения герметичности контейнера при его вакуумировании.

После того как образцы были установлены в герметичный контейнер как по 1, так и по 2 варианту перед установкой в рабочую печь проводили вакуумирование контейнера в течение 20 минут при комнатной температуре. Затем контейнер с образцами устанавливали в нагретую до температуры сварки рабочую печь испытательной машины Schenck Trebel типа RMS100 и зажимали между бойками из жаропрочного интерметаллидного сплава типа ВКНА с зазором, соответствующим величине термического расширения контейнера при нагреве до температуры сварки. Время прогрева контейнера при температуре сварки и непрерывного вакуумирования составляло 20 мин. Далее по выбранным режимам проводилась сварка давлением, при которой контейнер с образцами деформировался без нарушения его герметичности, благодаря чему обеспечивалось непрерывное вакуумирование (например,  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па по второму варианту) процесса СД (Рисунок 2.3).

СД по схеме одноосного сжатия двух цилиндрических образцов в герметичном контейнере из литых интерметаллидных монокристаллических сплавов типа ВКНА и деформируемого поликристаллического сплава ЭП975 проводили на разработанной при непосредственном участии автора данной работы установке (УВСД-1) для высокотемпературной (до 1200...1250 °С) СД, которая закреплена на испытательной машине Schenck Trebel типа RMS100. Для обеспечения высокотемпературных испытаний предусмотрена система охлаждения датчика нагрузки, а также высокотемпературная печь и бойки из интерметаллидного сплава типа ВКНА (Рисунок 2.3). Эффективность работы

описанной установки для СД с использованием сверхпластической деформации продемонстрирована в соавторстве в работах [164-167, 177-181].

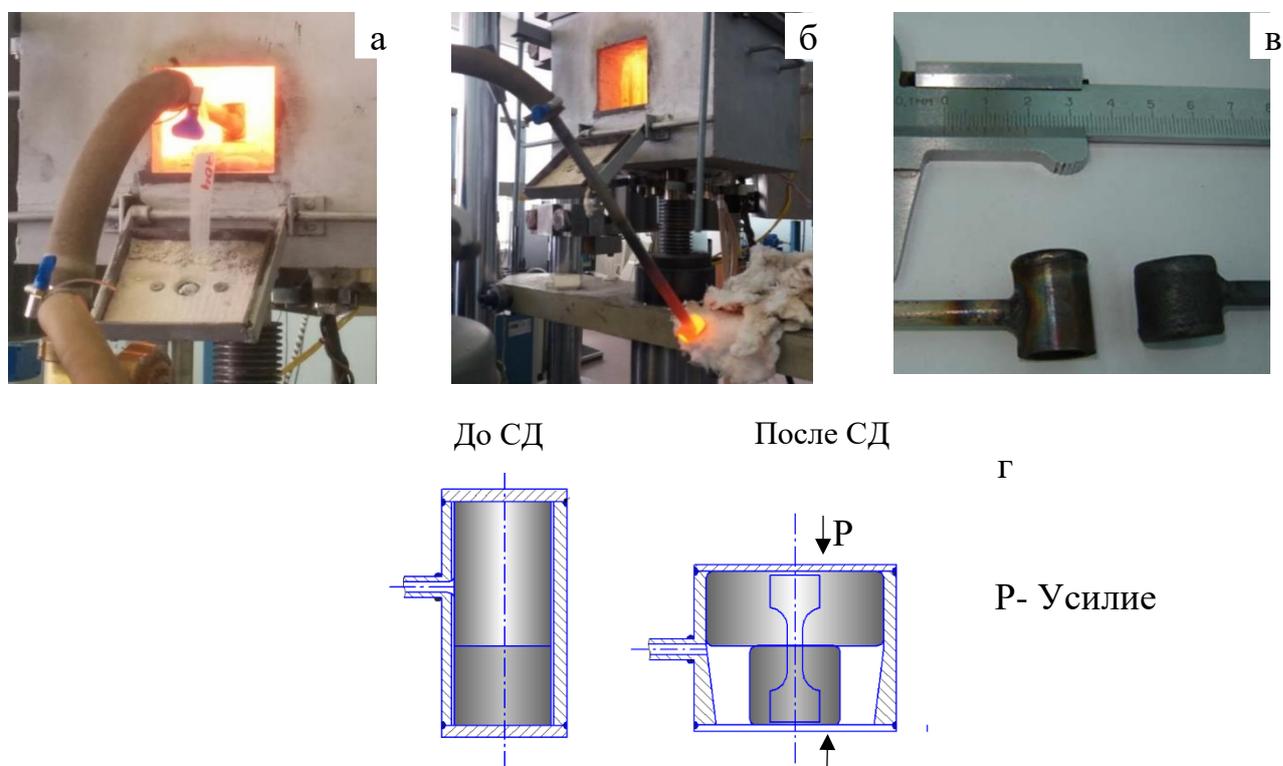


Рисунок 2.3 – Печь испытательной машины Schenck Trebel типа RMS-100 (а, б), образцы до и после сварки давлением в герметичных контейнерах (в), схема СД (г) образцов в контейнерах

Габаритные размеры соединяемых образцов:

1) Сплав ЭП975 с УМЗ, МЗ структурой–цилиндрические образцы диаметром 15,6 мм и высотой 20 мм;

2) Сплав типа ВКНА–образцы диаметром 15,6 мм и высотой 16 мм;

СД осуществляли в условиях СП сплава ЭП975. Температура при СД составила  $T = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $1075\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $1175\text{ }^{\circ}\text{C}$ , удельное давление составило  $\sim 25 \dots 100\text{ МПа}$ , скорость деформации  $10^{-4}\text{ с}^{-1}$ , в вакуум  $5 \cdot 10^{-1} \dots 5 \cdot 10^{-2}\text{ Па}$ , степень деформации сплава ЭП975  $\varepsilon = 24 \dots 40\%$ .

СД в сочетании ЭП975//ВКНА-моно выполнялась при температуре  $T = 1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , степень деформации сплава ЭП975  $\varepsilon = 23\%$ .

СД в сочетании ЭП975//ВКНА-25 проводилась при различных условиях и было проанализировано влияние следующих параметров на микроструктуру и свойства ТФС:

*Микроструктуры:* Т=1125 °С, сплав ЭП975 с МЗ и УМЗ структурой. СД при Т=950 °С, сплав ЭП975 с УМЗ структурой. Степень деформации сплава ЭП975 во всех состояниях составила  $\varepsilon=24\%$  и 30%.

*Степени деформации:* при Т=1125 °С, сплав ЭП975 с УМЗ структурой, степень деформации которого составила  $\varepsilon=24\%$ , 30% и 40%.

*Температуры СД:* Т=1075 °С; 1125 °С и 1175 °С, сплав ЭП975 с УМЗ структурой, степень деформации которого составила  $\varepsilon=24\%$ .

## 2.4 Термическая обработка

Термическую обработку образцов после сварки давлением сплава ЭП975 с интерметаллидным сплавом ВКНА-25 проводили в программируемой высокотемпературной печи сопротивления фирмы АТС. Режим термической обработки, рекомендуемый для сплава ЭП975: выдержка при температуре 1200 °С в течение 6 часов, закалка на воздухе и последующее старение при температуре 950 °С в течение 6 часов. При этом скорость нагрева составляла 10 °С/мин [161, 167, 180, 181].

## 2.5 Методика оценки качества твердофазного соединения

Необходимо отметить, что качество соединения оценивается по следующим признакам: исследование микроструктуры, по которым оценивают наличие хрупких частиц, пор, оксидов, однородность микроструктурных изменений, а также механическим свойствам, например, микротвердость и испытания на растяжения согласно ГОСТ 6996-66 и ГОСТ Р 57180-2016. Обычно прочность твердофазного соединения оценивается в сравнении с менее прочным свариваемым материалом. Для оценки прочности ТФС плоские образцы вырезались из

центральной части сварных образцов. Линия твердофазного соединения располагалась в середине рабочей части образцов (Рисунок 2.3 г).

Механические испытания на растяжение сварных образцов из одноименных сплавов ЭК61 проводили при  $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$  и скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{ с}^{-1}$ . Размеры образцов для испытаний: длина рабочей части - 3 мм, рабочее сечение -  $0,8 \times 0,9\text{ мм}^2$ .

Механические испытания на растяжение сварных образцов в сочетании ЭП975//ВКНА проводили при комнатной и повышенной ( $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) температурах на испытательной машине INSTRON, с скоростью деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{ с}^{-1}$ . Размеры образцов для испытаний: длиной рабочей части 6 мм, рабочее сечение  $2 \times 2,6\text{ мм}^2$

Показания устройства во время растяжения образцов фиксировались с помощью специальной компьютерной программы испытательной машины Instron с выводом на дисплей показаний перемещения и усилия. По данным механических испытаний оценивали предел прочности  $\sigma_b$  и пластичность  $\delta$  согласно [182], для каждого состояния испытывали по 3 образца.

## **2.6 Металлографический и электронно-микроскопический анализ**

Образцы готовились на шлифовально-полировальном станке «Top Tech P25FR-НА». Этапы подготовки шлифов: 1) Шлифовка вырезанного образца на наждачной бумаге с последующим переходом на более мелкозернистую P120...P4000. 2) Механическая полировка осуществлялась с использованием суспензии оксида кремния. 3) Электрополировка. Травление шлифа производилось в травителе Марбле для никелевых сплавов стандартного состава [183]: HCl – 20 мл, CuSO<sub>4</sub> - 4 гр., H<sub>2</sub>O - 20 мл.

### *2.6.1 Оптическая микроскопия*

Микроструктуру образцов в исходном состоянии, после деформации, а также после СД и последующей ТО полированных и травленных образцов изучали с помощью оптических микроскопов Zeiss-Axiovert и Olympus GX-51.

### *2.6.2 Растровая электронная микроскопия*

Исследования микроструктуры проводились с использованием растрового электронного микроскопа Mira-3 Tescan в режимах вторичных электронов (SE) и/или обратно-рассеянных электронов (BSE) при ускоряющем напряжении 20 кВ. Исследуемые образцы закреплялись на алюминиевый держатель с помощью токопроводящего скотча. Для исследования пористости в зоне соединения использовали нетравленные шлифы.

Распределение элементов в зоне ТФС определяли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (либо EDX). Исследование проводили на растровом электронном микроскопе Tescan VEGA 3SBH с EDX приставкой. Данный метод является наиболее стандартным и достаточно широко используемым. Принцип метода энергодисперсионного анализа (ЭДА) основан на неупругом рассеянии электронов (т.е. возбуждения электрона внутренней оболочки). Каждый материал имеет свое значение энергии рентгеновского пика. Когда атом переходит из возбужденного в основное состояние, то избыточная энергия выделяется в виде характеристического рентгеновского излучения. Эту энергию используют для определения качественного элементного состава [31, 184, 185]. Измерения на образцах с ТФС проводили с  $\gamma$ -фазы, передвигаясь от сплава ЭП975 (или ЭК61) к сплаву ВКНА-25 (или ВКНА-моно) в направлении перпендикулярном линии соединения, пошагово (с шагами 2, 10 и 50 мкм). Усреднённые данные ЭДА (не менее трех значений на точку) использовали для построения графиков распределения легирующих элементов по длине сварных образцов.

Метод РЭМ использовали для исследования морфологии и химического состава фаз, а также оценки дефектности структуры: наличие микропор и/или микротрещин.

При анализе УМЗ микроструктуры, полученной методом ДТО, а также сварных образцов как после СД, так и последующей ТО, использовали метод дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализа). Для исследований

образцы подвергали электрополировке. Съемку проводили с использованием растрового электронного микроскопа Mira-3 Tescan системой регистрации OXFORD HKL и программного пакета CHANNEL5. Режимы съемки: ускоряющее напряжение – 20 кВ; шаг сканирования – 0,05...10 мкм; индексация участка – не менее 80%. Малоугловые границы с разориентировкой менее 2° исключены из рассмотрения вследствие погрешности метода EBSD-анализа. Границы с разориентировкой более 15 ° учитывались как большеугловые границы зерен (БУГ).

### *2.6.3 Просвечивающая электронная микроскопия*

Для исследований, проводимых методом просвечивающей электронной микроскопии, образцы в виде пластин с исходной толщиной 0,5 мм механически утоняли до толщины 0,1 ... 0,15 мм, затем вырезались круги диаметром 3 мм для дальнейшей обработки на установке TenuPol-5 где методом струйной электрополировки создавали отверстие, края которого прозрачные для пучка электронов. Режим электрополировки: напряжение  $U=30...60$  В, сила тока  $I=84...130$  мА, сила струи – 25...30, время – 1...3 минуты, в электролите следующего состава: N-бутанол – 550 мл, хлорная кислота – 50 мл.

Тонкую структуру изучали в режиме светлого и темного полей, а также снимали электронограмму на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ.

### **2.7 Определение размера зерен и объемной доли фаз**

За величину размера зерен согласно ГОСТ 21.073.0-75 и ГОСТ 5639. 82 принят средний условный размер (диаметр) зерна (кристаллита) для равноосных зерен. Размер зерен определяли методом случайных и направленных секущих. На поверхности шлифа выбиралось не менее 5 типичных мест, где проводили секущие линии. Каждая линия согласно ГОСТ 5639. 82 пересекала не менее 10 зерен, а на исследуемой поверхности было не менее 50 зерен.

Подсчет объемной доли  $V\%$ , осуществлялся в программе просмотра изображений методом подсчета точек по методу Глаголева [186].

Определение объемной доли частиц второй фазы обрабатывались, согласно главному стереометрическому соотношению (2.3):

$$\sum V_{\delta} = \sum F_{\delta} = \sum h_{\delta} = z_{\delta}/z \quad (2.3)$$

где  $\sum F_{\delta}$  – средняя величина площади, занятой фазой  $\delta$  на единице площади двумерной структуры;

$\sum h_{\delta}$  – средняя суммарная длина отрезков, проходящих по фазе  $\delta$  на единице длины секущей; при нанесении  $z$  точек на двумерную структуру, которые расположатся на площади структуры беспорядочно, но статистически равномерно, то часть точек  $z_{\delta}$  попадет на  $\delta$ -фазу [186].

Погрешность определяли при выбранной доверительной вероятности, составляющей  $P=0,9$  по квадратичному отклонению согласно методике определения статистической погрешности измерений [186].

## **ГЛАВА 3 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ ЭК61 И ЭП975 ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**

Как показано в обзоре литературы (гл. 1.2.1.) необходимым условием для реализации эффекта структурной СП в перспективных технологических процессах формообразования деформационной обработки металлов и сплавов, в том числе при СД, является формирование в заготовках УМЗ и НК структуры, в том числе, из исследуемых деформируемых сплавов ЭК61 и ЭП975. Выбранные для исследования сплавы различаются по химическому и фазовому составу, морфологии выделений упрочняющей фазы. Указанные различия, по-видимому, будут определять особенности деформационной обработки сплавов ЭК61 и ЭП975, температурные интервалы формирования УМЗ структуры дуплексного типа, а также температурные интервалы проявления эффекта низкотемпературной СП.

### **3.1 Формирование ультрамелкозернистой структуры при деформационно-термической обработке никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975**

#### *3.1.1 Деформируемый никелевый сплав ЭК61 с упрочняющей фазой на основе $Ni_3Nb$*

В исходном состоянии сплав ЭК61 представлял собой горячедеформированный пруток (диаметр 80 мм) с исходной КЗ структурой (Рисунок 3.1): размер зерен матричной  $\gamma$ -фазы  $62 \pm 2$  мкм, в теле зерен которой выделены частицы упрочняющей  $\gamma''$ -фазы  $\sim 40$  нм. Инкубационный период выделения  $\gamma''$ -фазы достаточно длительный и составляет 5...10 минут. Это обстоятельство, по-видимому, в значительной степени обусловило высокую технологическую пластичность сплава ЭК61 и возможность подвергать этот материал интенсивной ДТО с использованием технологической схемы ВИК. При

этом, в процессе обработки методом ВИК даже за один вынос заготовки из печи возможна деформация заготовки в течении 5...10 мин. по крайней мере по трем осевым направлениям без образования микротрещин на боковой поверхности деформируемой заготовки.

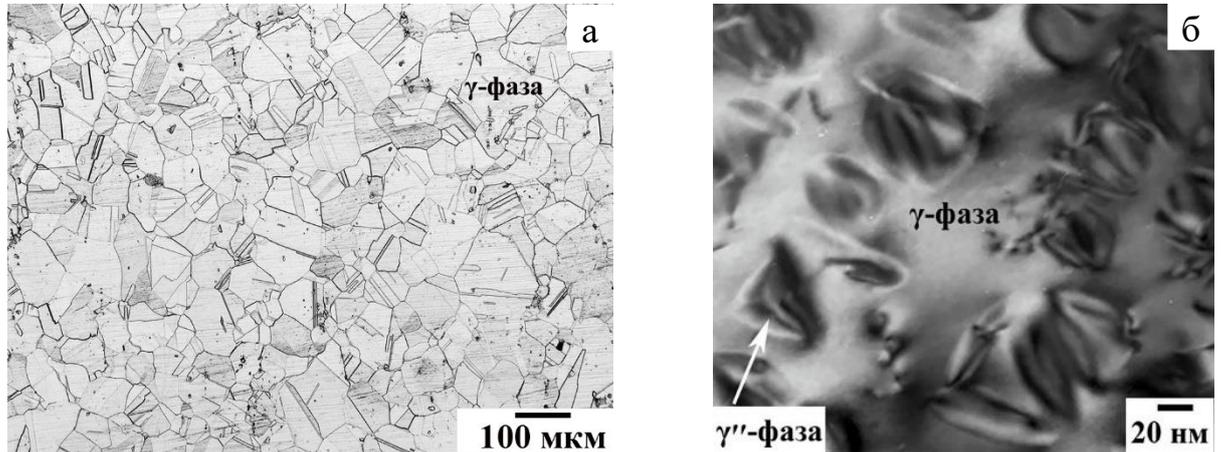


Рисунок 3.1 – Исходная крупнозернистая структура сплава ЭК61

а – ОМ, б – ПЭМ

В результате низкотемпературной ДТО в сплаве ЭК61 была получена УМЗ структура смешанного типа, включающая УМЗ составляющую дуплексного типа ( $\gamma+\delta$ ) и относительно крупные частицы  $\delta$ -фазы размером до 2 мкм. Такая структура получена в результате ДТО с использованием ВИК в интервале температур 950...850 °С (режим ВИК-I) и 950...750 °С (режим ВИК-II) по методике, изложенной в главе 2 [186-191].

В процессе ВИК метастабильная  $\gamma''$ -фаза преобразовалась в термически стабильную  $\delta$ -фазу. Показано, что в сплаве ЭК61 посредством обработки по режиму ВИК-I (первый режим) в интервале температур 950...850 °С во всем объеме кованной заготовки сформирована УМЗ структура смешанного типа, в которой УМЗ составляющая представляет собой зерна  $\gamma$ -фазы размером  $0,8\pm 0,2$  мкм и частицы  $\delta$ -фазы размером  $0,75\pm 0,15$  мкм (Рисунок 3.2). Снижение нижней температуры ДТО до 750 °С (режим ВИК-II в интервале 950...750 °С) привело к дополнительному измельчению УМЗ структуры с размерами  $\gamma$ -фазы и частиц  $\delta$ -

фазы  $\sim 0,3 \pm 0,1$  мкм (Рисунок 3.3). При этом в обоих случаях наряду с УМЗ составляющей в структуре сплава наблюдаются отдельные крупные частицы  $\delta$ -фазы размером до  $2 \pm 0,5$  мкм, которые сохранились и являются «наследственными». Такие крупные частицы образовались на первой высокотемпературной (950...900 °С) стадии ДТО формирования МЗ структуры дуплексного типа. Далее на последующей стадии низкотемпературной ДТО (в интервале температур 850...750 °С) МЗ структура трансформируется в УМЗ структуру смешанного типа [162, 163, 187, 188].

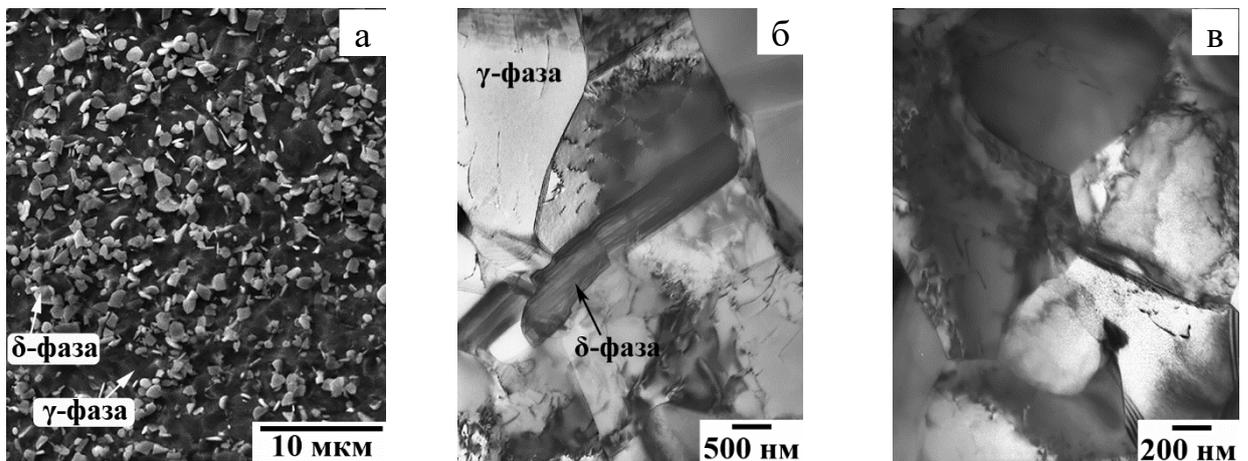


Рисунок 3.2 – Микроструктура сплава ЭК61 после ДТО по режиму ВИК-I

а – РЭМ; б –; в – ПЭМ

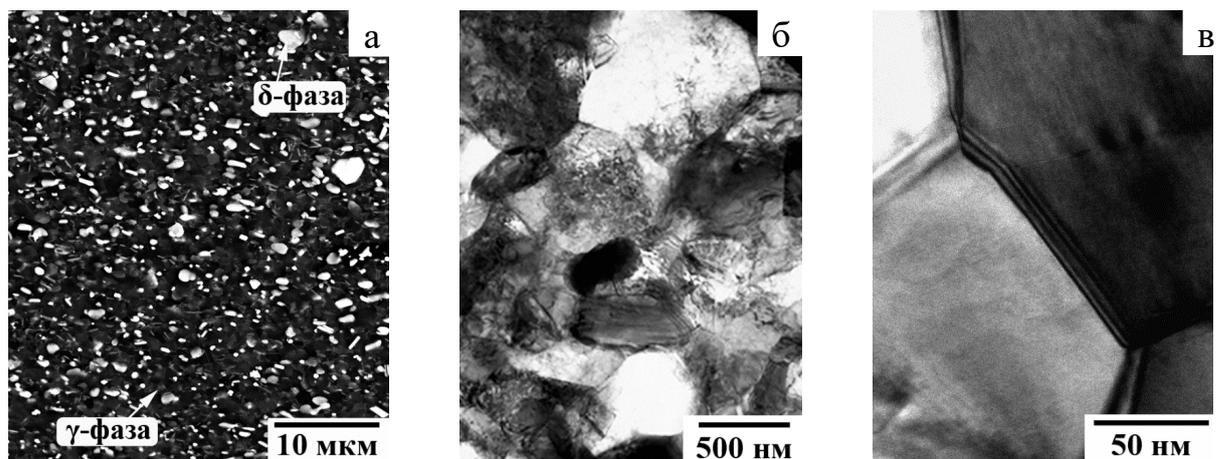


Рисунок 3.3 – Микроструктура сплава ЭК61 после ДТО по режиму ВИК-II

а – РЭМ; б –; в – ПЭМ

Итак, в результате вышеуказанных обработок исходная КЗ микроструктура трансформировалась в смешанную УМЗ дуплексного типа, в которой наблюдали новые рекристаллизованные зерна  $\gamma$ -фазы равноосной формы, свободные от дислокаций (Рисунок 3.2 и 3.3). На многих межзеренных и межфазных  $\gamma/\gamma'$  границах выявляется характерный для равновесных высокоугловых границ полосчатый контраст. Глобулярные некогерентные выделения термически стабильной  $\delta$ -фазы эллипсоидной формы присутствуют преимущественно по границам и в тройных стыках зерен  $\gamma$ -фазы. В отдельных, наиболее крупных частицах  $\delta$ -фазы пластинчатой формы, наблюдаются поперечные субграницы (Рисунок 3.2 б и 3.3 в), что свидетельствует о развитии при ДТО процессов фрагментации пластин  $\delta$ -фазы и последующей сфероидизации фрагментов, которые преобразуются в более мелкие некогерентные частицы эллипсоидной формы [189, 190].

Сравнительный анализ полученных результатов с данными, приведенными в работах [73, 84], показал, что механизм формирования УМЗ структуры типа субмикродуплекс в сплаве ЭК61 при ДТО с использованием схемы ВИК во многом аналогичен механизму, который наблюдался в сплаве Inconel 718.

Необходимо отметить, что смешанную структуру в сплаве ЭК61 с УМЗ составляющей для упрощения описания результатов далее по тексту диссертации принято обозначение УМЗ структуры.

Для получения НК структуры в сплаве ЭК61 был использован традиционный метод ИПД на наковальнях Бриджмена при комнатной температуре. Электронно-микроскопический анализ микроструктуры сплава ЭК61 полученный после ИПД со степенью деформации  $e=5,5$  свидетельствует, что в этом сплаве формируется НК структура со средним размером зерен и фрагментов менее 100 нм (Рисунок 3.4), которая является типичной для НК материалов [79, 81]. Кольцевая электронограмма свидетельствует о том, что в объектив диафрагмы (диаметром  $\sim 0,8$  мкм) попало большое количество фрагментов.

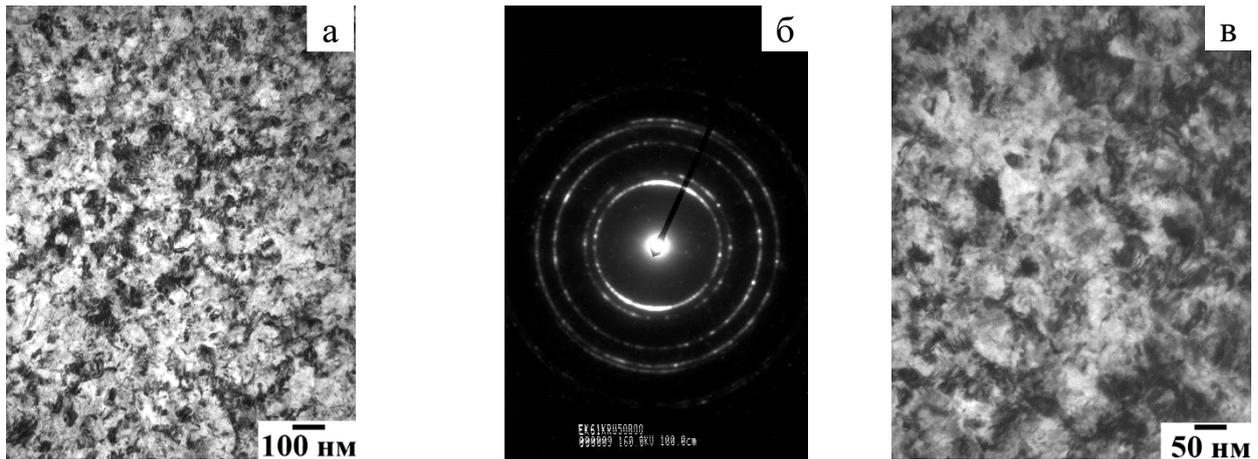


Рисунок 3.4 – Микроструктура (ПЭМ) образцов при различных увеличениях  $\times 50000$  (а) и  $\times 100000$  (б) и картина микродифракции (в) после ИПД на наковальнях Бриджмена,  $e = 5,5$

Преимущественное наложение рефлексов может говорить о том, что наблюдается текстура, фрагменты могут быть текстурированы в направлении кручения образцов и перпендикулярно оси образца, аналогично результатам работы [192]. Присутствие отдельных рефлексов на кольцевых электронограммах может свидетельствовать о наличии высокоугловых разориентировок между фрагментами [162].

### *3.1.2 Деформируемый никелевый сплав ЭП975 с упрочняющей фазой на основе $Ni_3(Al,Ti)$*

Для исследований были использованы заготовки, вырезанные из штамповки диска (диаметр  $\sim 550$  мм) из сплава ЭП975, с МЗ структурой дуплексного типа: средний размер зерен  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз составляет  $8,0 \pm 1,5$  мкм и  $3,2 \pm 1,1$  мкм, соответственно. Объемная доля крупных некогерентных частиц-зерен упрочняющей фазы ( $V_{\gamma'}$ ) составляет  $V_{\gamma'} = 28 \pm 3\%$ , объемная доля наноразмерных частиц  $V_{\gamma'} = 27 \pm 3\%$  [164, 167, 177-181]. На рисунке 3.5 представлена МЗ структура и данные EBSD анализа.

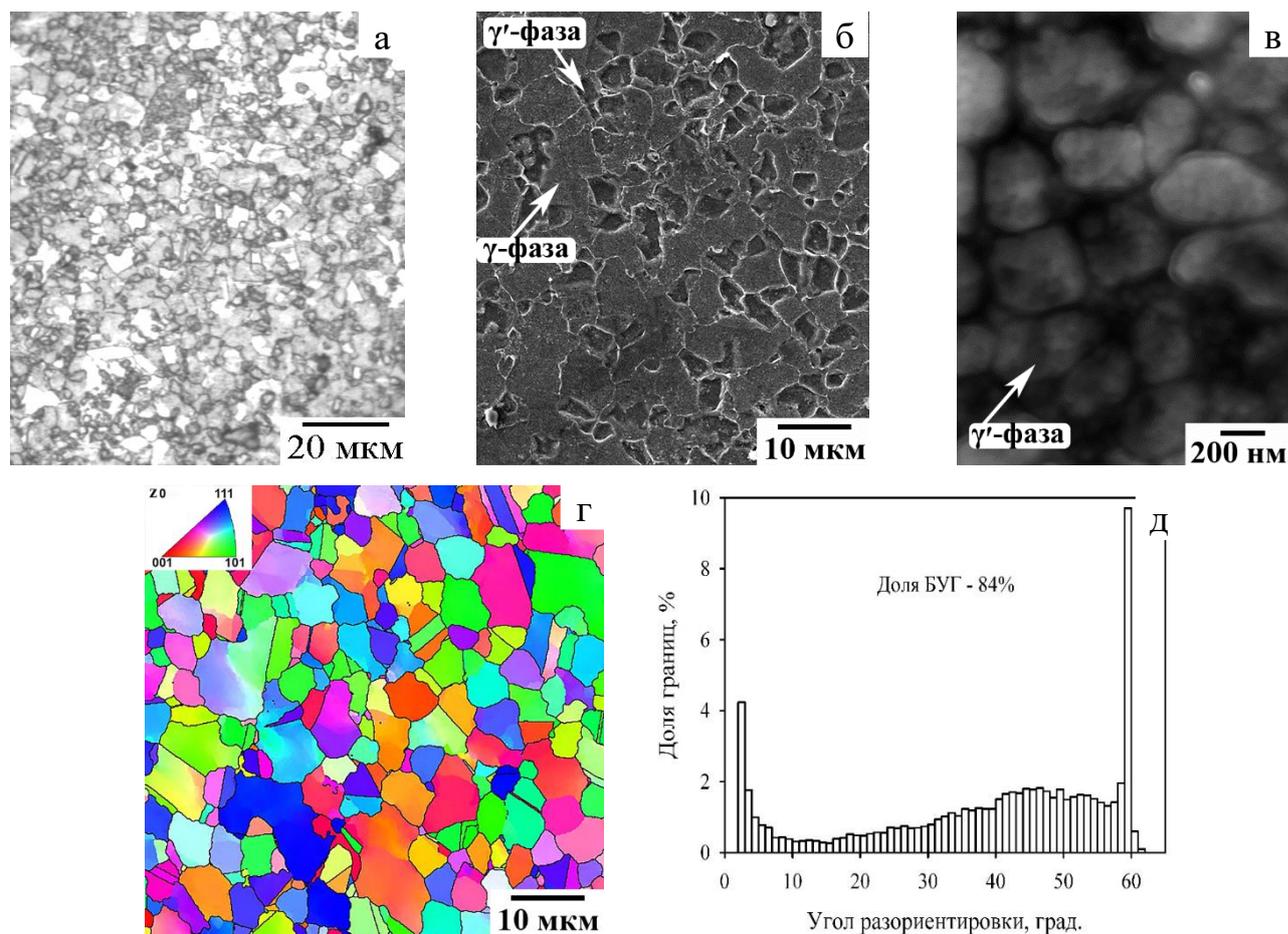


Рисунок 3.5 – Сплав ЭП975 с исходной МЗ структурой:

а-ОМ, б,в – РЭМ, г – карты EBSD, д – спектры разориентировок границ зерен

Показано, что в сплаве ЭП975 с исходной МЗ структурой (Рисунок 3.5) после ДТО при пониженных температурах (1000...950 °С) сформирована смешанная структура (Рисунок 3.6): УМЗ составляющая дуплексного типа со средним размером новых некогерентных выделений  $\gamma'$ -фазы и зерен  $\gamma$ -фазы  $0,8 \pm 0,2$  мкм и относительно крупные частицы  $\gamma'$ -фазы размером  $4,5 \pm 1,2$  мкм [190, 191] которые были ранее образованы на стадии формирования микродуплексной структуры (Рисунок 3.6). Таким образом, можно выделить три вида размеров частиц  $\gamma'$ -фазы: относительно крупные – «наследственные» от МЗ структуры их объемная доля составила  $V_{\gamma'} = 26 \pm 3\%$ , УМЗ составляющие - их объемная доля составила  $V_{\gamma'} = 24 \pm 3\%$ , и наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы, выделенные в теле зерен  $\gamma$ -фазы при охлаждении после деформации, их объемная доля составила  $V_{\gamma'} = 5 \pm 1\%$ ,

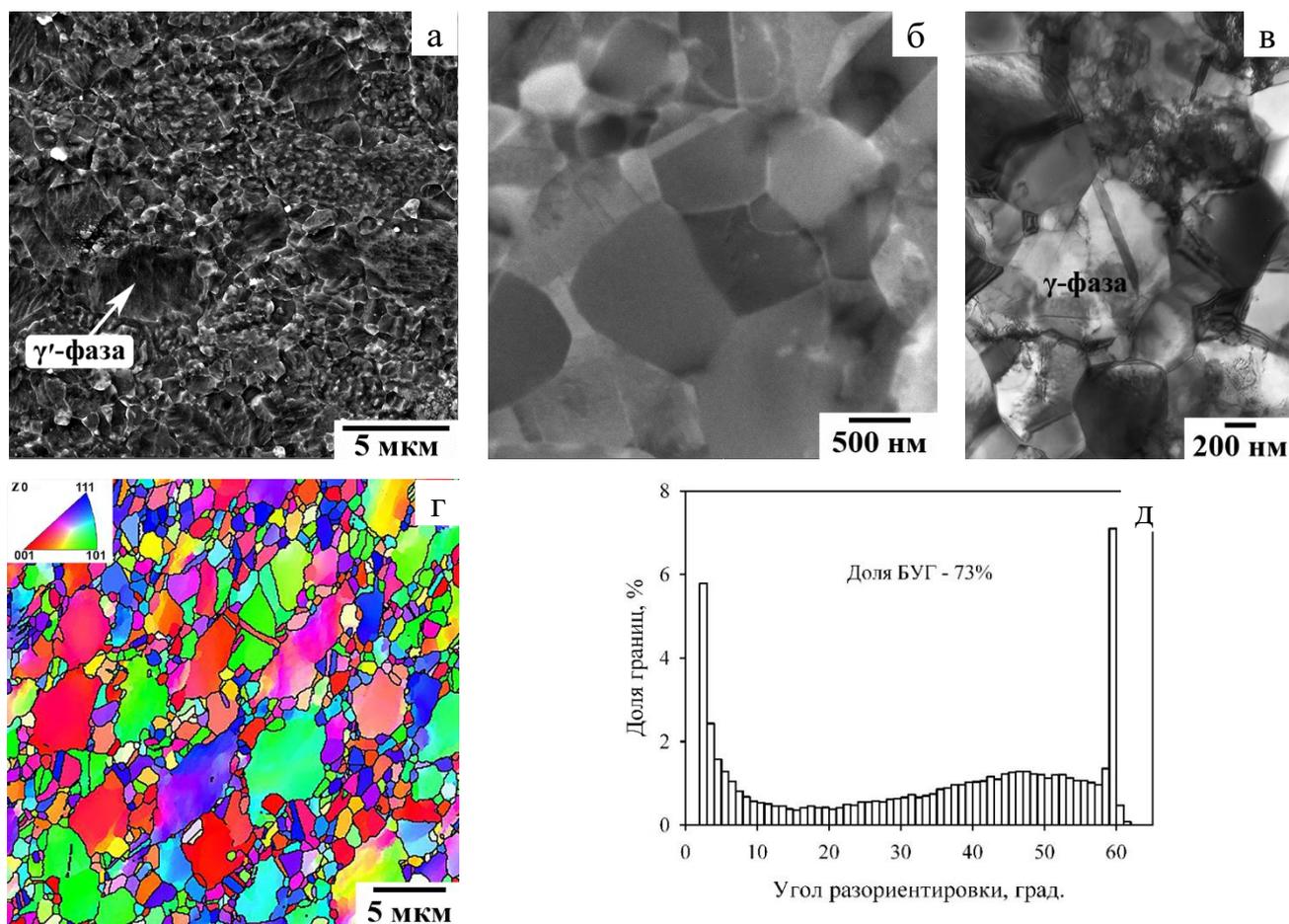


Рисунок 3.6 – Сплав ЭП975 с УМЗ структурой смешанного типа:  
 а – РЭМ режим BSE, б – РЭМ режим SE; в – ПЭМ; г – EBSD карты;  
 д – спектры разориентировок границ зерен;

По сравнению со сплавом ЭК61, как следует из обзора научной литературы, более жаропрочный сплав ЭП975 имеет низкую технологическую пластичность, что, по-видимому, в значительной степени обусловлено чрезвычайно малым инкубационным периодом выделения упрочняющей  $\gamma'$ -фазы, которая имеет одинаковую с матрицей ( $\gamma$ -фазой) кристаллическую ГЦК решетку и очень малый параметр несоответствия решеток  $\gamma$  и  $\gamma'$ -фаз. Поэтому по сравнению со сплавом ЭК61 формирование в заготовках из сплава ЭП975 мелкозернистой структуры более трудоемкий технологический процесс. При этом, применение технологической схемы ВИК, как показали результаты исследований, целесообразно только в лабораторных экспериментах, поскольку за один вынос заготовки из печи возможна деформация только в одном осевом направлении.

Необходимо отметить, что смешанную структуру в сплаве ЭП975 с УМЗ составляющей аналогично, как и для сплава ЭК61, с целью упрощения описания результатов далее по тексту диссертации принято обозначение сплав ЭП975 с УМЗ структурой.

### 3.2 Влияние высокотемпературной деформации по схеме одноосного сжатия на микроструктуру и механические свойства сплавов ЭК61 и ЭП975 с ультрамелкозернистой структурой

Проведены исследования механических свойств и микроструктурных изменений сплавов ЭК61 и ЭП975 после испытаний образцов с исходной УМЗ структурой на сжатие и растяжение в интервале температур (600...1125 °С) и скоростей деформации ( $10^{-3} \dots 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ ).

На рисунке 3.7 приведены графики зависимости предела текучести интерметаллидных сплавов [62] и напряжения течения сплавов ЭК61 и ЭП975 от температуры.

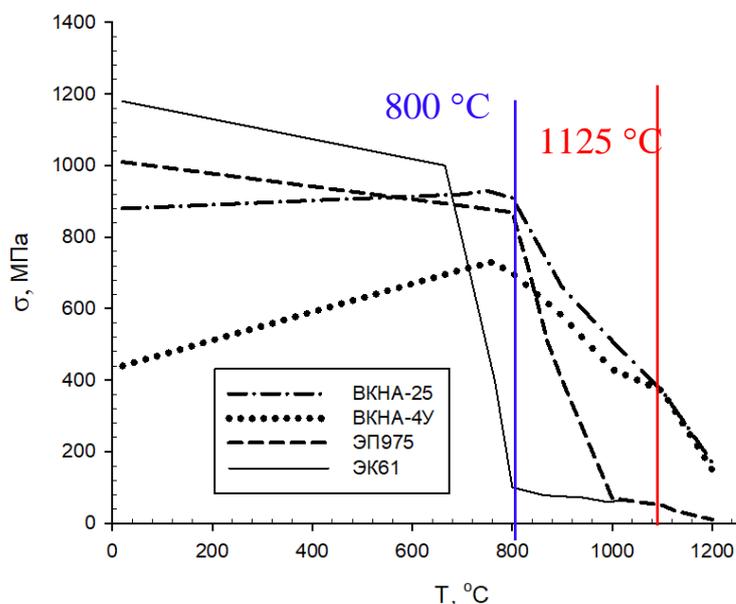


Рисунок 3.7 – Зависимости напряжения течения при осадке образцов из сплавов ЭК61, ЭП975 и предела текучести сплава ВКНА-25 и ВКНА-4У от температуры

Выполнен сравнительный анализ напряжений исследуемых сплавов [13, 70, 167]. Показано, что при выбранных температурах сварки 800 °С и 850 °С для ЭК61, а также 950 °С и 1125 °С для ЭП975 напряжение течения никелевого сплава ~ до 7 раз меньше условного предела текучести литых сплавов серии ВКНА (Рисунок 3.7), т.е. при сварке давлением с литым сплавом ВКНА вся пластическая деформация должна локализоваться в деформируемом сплаве.

### 3.2.1 Анализ изменений микроструктуры и свойств сплава ЭК61

Результаты механических испытаний, которые опубликованы автором в работах [163, 189], по схеме одноосного сжатия сплава ЭК61, связанные с изучением механических свойств приведены на рисунке 3.8 и 3.9, а микроструктуры на рисунках 3.10 и 3.11.

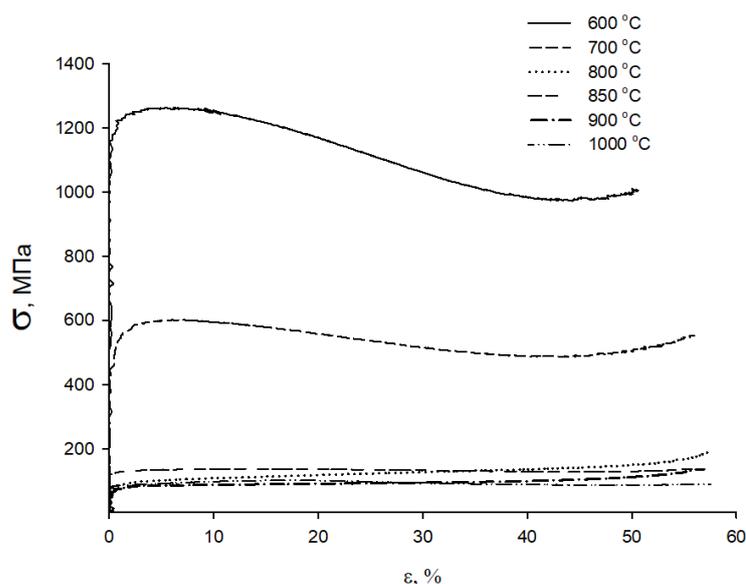


Рисунок 3.8 – Зависимости напряжения течения от степени деформации при различных температурах УМЗ сплава ЭК61 (ВИК-1) после осадки

Обнаружено, что при наименьшей температуре деформации (600 °С) значения напряжения течения превышают уровень 1000 МПа (Рисунок 3.8 и 3.9). В то же время при увеличении температуры деформации до 800 °С и выше

наблюдается значительное снижение (в 10...20 раз) напряжения течения. При этом минимальное значение  $\sigma \approx 50$  МПа выявлено при 1000 °С. Снижение скорости деформации на порядок (с  $10^{-3}$  до  $10^{-4}$  с $^{-1}$ ) в интервале температур 800...1000 °С не приводит к существенному снижению значений напряжения течения.

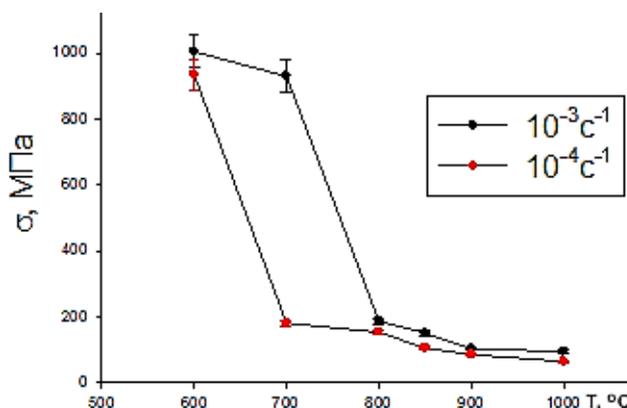


Рисунок 3.9 – Зависимость напряжения  $\sigma_{40}$  от температуры при различных скоростях деформации УМЗ сплава ЭК61 после осадки

Увеличение температуры деформации до 900 °С не приводит к существенному росту (не более 16%) среднего размера зерен  $\gamma$ -фазы ( $d\gamma=0,9$  мкм) по сравнению с исходным до деформации УМЗ состоянием. Исходя из вышеизложенного следует, что УМЗ структура сплава ЭК61 термически стабильна при температурах деформации, не превышающих 900 °С. Дальнейшее повышение температуры деформации до 1000 °С приводит к значительному укрупнению среднего размера зерна, величина которых по данным металлографического анализа составляла  $17 \pm 2$  мкм. Интенсивный рост зерен  $\gamma$ -фазы, обусловлен тем, что согласно диаграмме состояния Ni-Nb (Рисунок 1.3) при этой температуре практически полностью растворяется  $\delta$ -фаза, которая являлась эффективным стабилизатором структуры [188, 190].

Таким образом установлено, что после деформации в интервале температур 600...900 °С микроструктура исследуемого сплава остается УМЗ, хотя с ростом температуры в указанном интервале происходит небольшой рост зерен матричной

$\gamma$ -фазы за счет частичного растворения второй фазы до размера, не превышающего 1 мкм. При деформации в интервале температур 600...800 °С объемная доля  $\delta$ -фазы практически не изменяется и составляет  $30\pm 3\%$ , дальнейшее повышение температуры до 900 °С приводит к ее уменьшению до  $21\pm 3\%$  (Рисунок 3.10).

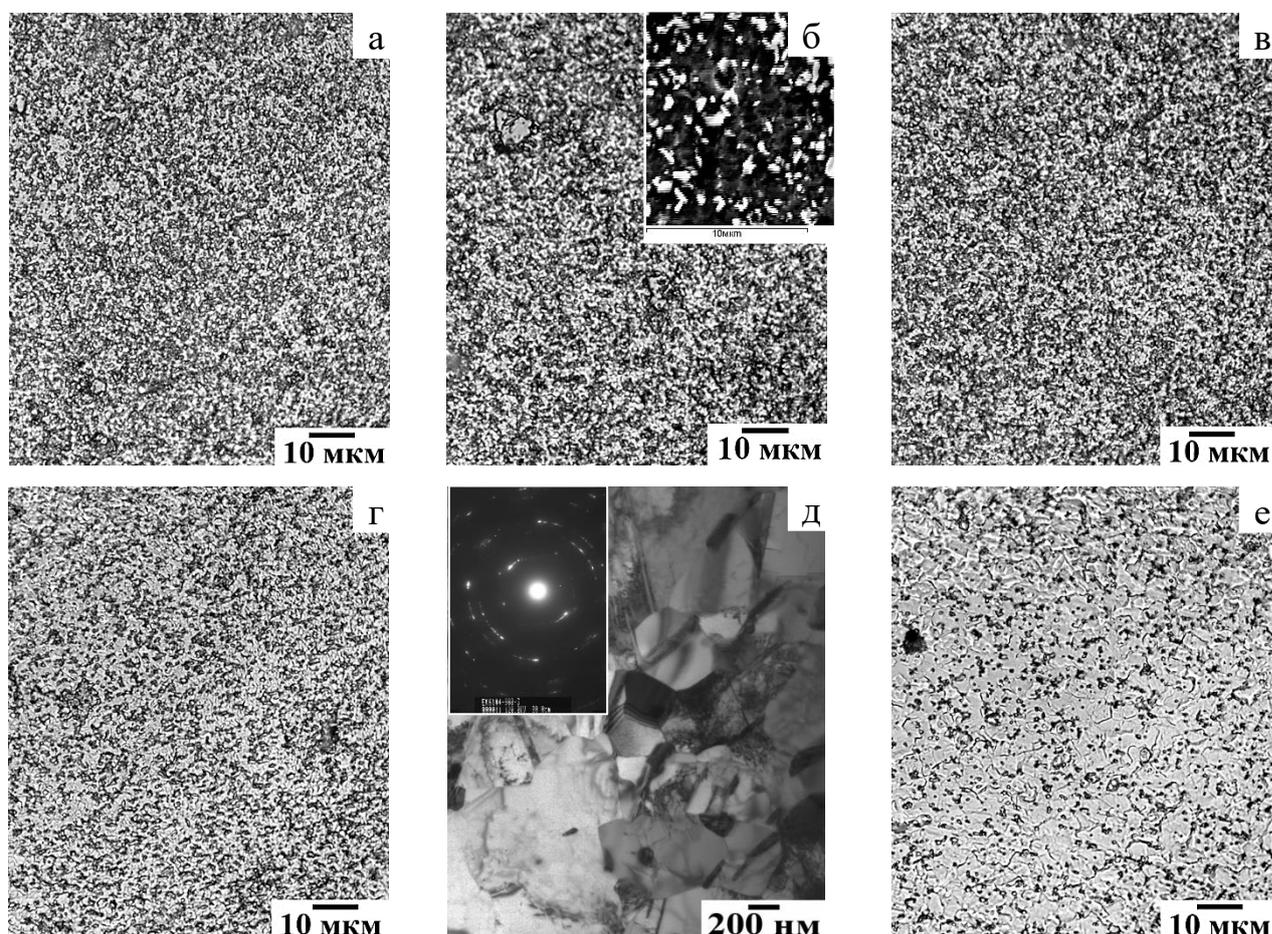


Рисунок 3.10 – Микроструктура УМЗ сплава после осадки при скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (а-г, е – ОМ; д – ПЭМ)

а – 600 °С; б – 800 °С; в – 850 °С, г, д – 900 °С, е – 950 °С

Аналогичные изменения микроструктуры от температуры деформации наблюдаются в образцах сплава ЭК61 с УМЗ структурой, деформированных со скоростью  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  в интервале температур 600...900 °С: структура остается УМЗ (Рисунок 3.11). При повышении температуры деформации до 1000 °С за счет полного растворения  $\delta$ -фазы происходит преобразование УМЗ структуры в крупнозернистую структуру, в которой средний размер зерен  $\gamma$ -фазы составил

$21 \pm 2$  мкм. После деформации в изученном интервале температур обнаружено, что  $\delta$ -фаза распределена однородно по всему объему. При этом выделения  $\delta$ -фазы имеют преимущественно глобулярную эллипсообразную форму [163].

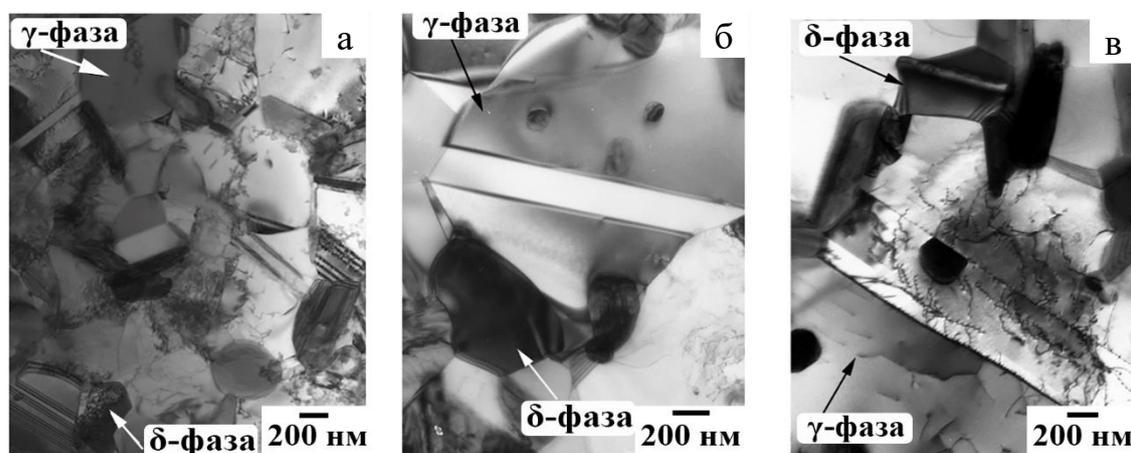


Рисунок 3.11 – Микроструктура сплава ЭК61 с УМЗ структурой после осадки при различных температурах и скоростях деформации (ПЭМ):

а –  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{ с}^{-1}$ ; б –  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{ с}^{-1}$ ; в –  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{ с}^{-1}$

### 3.2.2 Анализ изменений микроструктуры и свойств сплава ЭП975

По результатам механических испытаний на одноосное сжатие ( $\epsilon=60\dots70\%$ ) сплава ЭП975 с УМЗ структурой в интервале температур  $900\dots1130\text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростями деформации  $10^{-4}\text{ с}^{-1}$  и  $10^{-3}\text{ с}^{-1}$ , установлено, что наблюдается типичный для сверхпластической деформации вид зависимости напряжения течения от степени деформации (Рисунок 3.12), который наблюдался ранее при исследовании других никелевых сплавов [5, 7, 64, 65]. Анализ микроструктуры показал, что в результате деформации при температуре  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  структура сплава стабильна (Рисунок 3.13), повышение температуры до  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  приводит к укрупнению зерен  $\gamma$ -фазы до  $1,6\text{ мкм}$ .

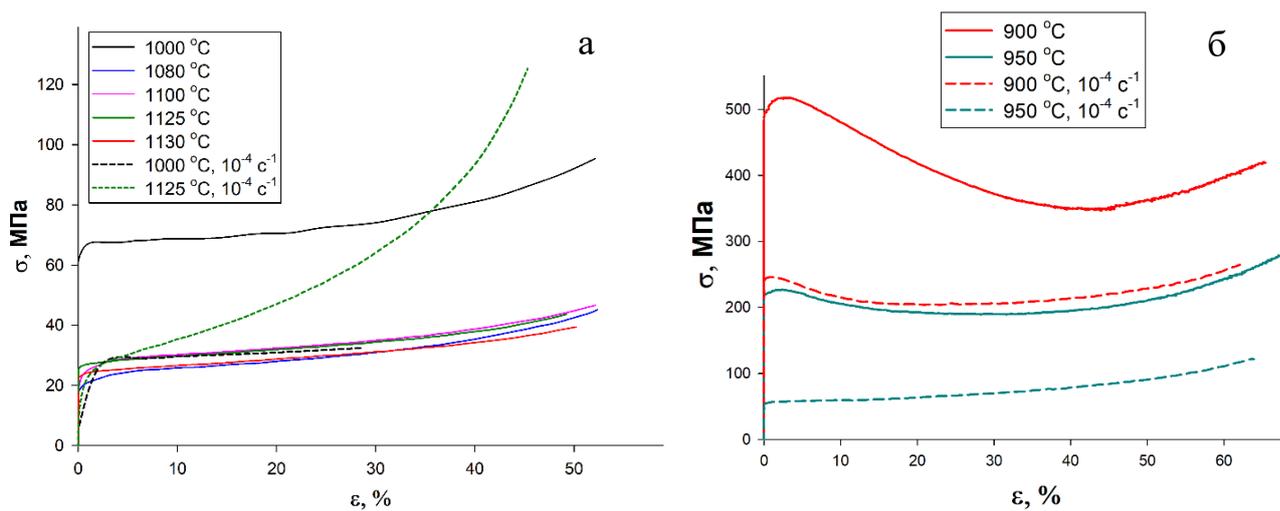


Рисунок 3.12 – Зависимости напряжения течения от степени деформации при различных температурах УМЗ сплава ЭП975

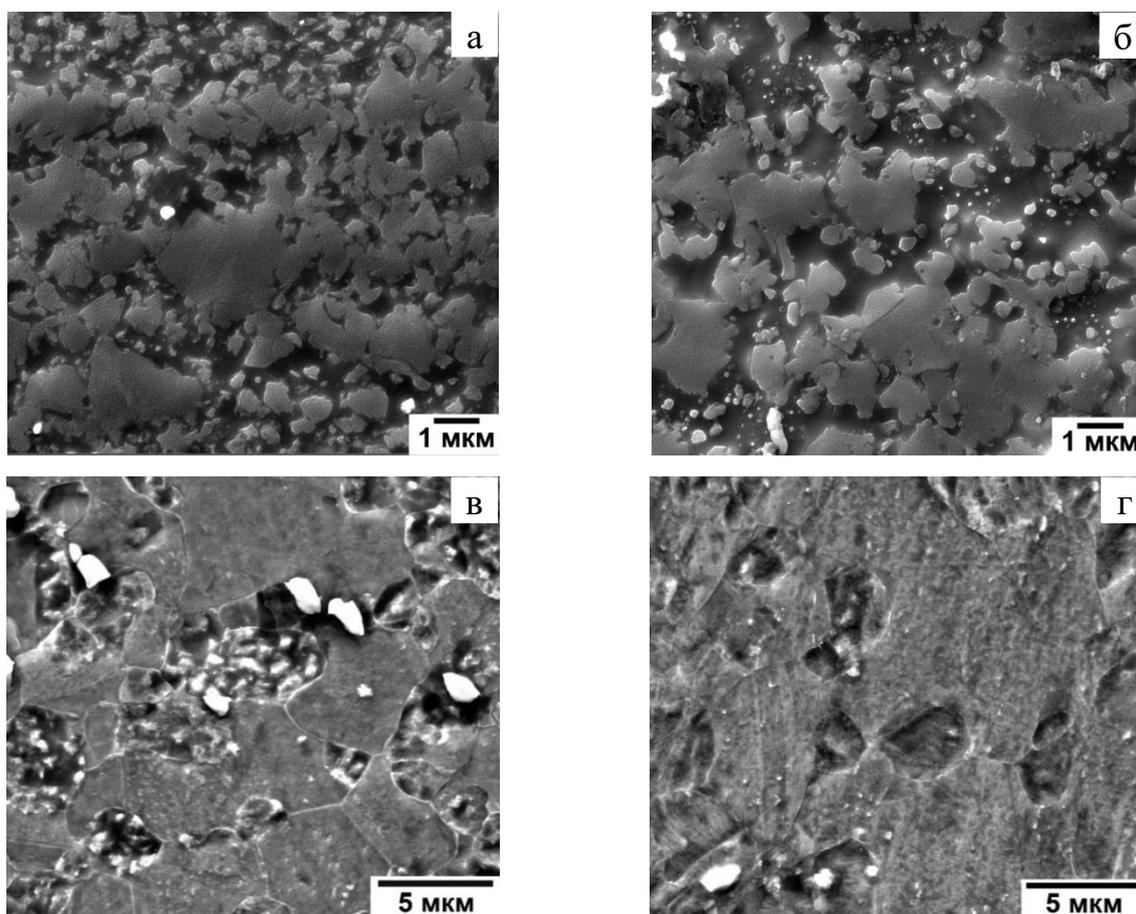


Рисунок 3.13 – Микроструктура УМЗ сплава ЭП975 после осадки с различной скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (а-в) и  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  (г):

а – 900 °С; б – 950 °С; в, г – 1125 °С

Дальнейшее повышение температуры на 125 °С приводит к тому, что после деформации при 1125 °С происходит увеличение размера зерен  $\gamma$ -фазы до  $\sim 6,2 \pm 0,9$  мкм вследствие воздействия высоких температур и частичного растворения более мелких (менее 1 мкм) частиц  $\gamma'$ -фазы. Размер крупных некогерентных выделений  $\gamma'$ -фазы составил  $3,2 \pm 0,8$  мкм. Фактически при указанной температуре деформации УМЗ структура полностью трансформировалась в исходную МЗ структуру.

### **3.3 Исследование низкотемпературной сверхпластичности сплавов ЭК61 и ЭП975 с ультрамелкозернистой структурой при испытаниях на одноосное растяжение**

Как следует из анализа обзора литературы [6, 7, 64, 65], на характеристики СП значительное влияние оказывает исходный размер зерен и фаз ЖНС. Оптимальный температурный интервал проявления эффекта СП в сплаве ЭП975 с МЗ структурой дуплексного типа составляет 1100...1125 °С [1, 70]. А в сплаве Inconel 718, который как известно, из обзора литературы [39] является аналогом сплава ЭК61, за счет формирования УМЗ или НК структуры удалось обеспечить проявление эффекта низкотемпературной СП при 600...575 °С. Поэтому в данной работе представляло интерес выявить особенности СП поведения сплава ЭП975 и российского сплава ЭК61 с подготовленной УМЗ структурой смешанного типа.

#### *3.3.1 Сверхпластичность сплава ЭК61*

По результатам экспериментов установлено, что формирование УМЗ структуры в деформируемом сплаве ЭК61 обеспечивает проявление эффекта низкотемпературной СП ( $500 \leq \delta \leq 1000\%$ ) в интервале температур 700...850 °С при начальной скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  (Рисунки 3.14, 3.15 и таблица 3.1). При скорости деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  эффект СП проявляется уже при  $T=675$  °С. В таблице 3.1. приведены характеристики СП для сплава ЭК61 с предварительно подготовленной УМЗ структурой посредством ВИК по двум режимам. Результаты

исследований СП характеристик сплава ЭК61 с УМЗ структурой опубликованы в соавторстве в работах [162, 163, 187-190].

Таблица 3.1 – Механические свойства сплава ЭК61 при растяжении (скорость деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ с}^{-1}$ )

Режим обработки Сплава ЭК61	Параметры микроструктура, мкм		Т, °С	$\delta, \%$	$\sigma_B,$ МПа	$\sigma_T,$ МПа	$m$
	$\gamma$ -фаза	$\delta$ -фаза					
ВИК-I (950...850 °С)	0,8±0,5	0,75±0,3	600	42 / 100	1220 / 1238	-/-	0,1/0,12
			675	- /132*	-/698	-/-	- / 0,26
/	/	/	700	292 /512	363/451	340/439	0,31/0,35
ВИК-II (950...750 °С)	0,3±0,2	0,3±0,1	750	440 /1048	171/249	158/247	0,35/0,5
			800	1431/1570	100/121	100/121	0,4/0,5
			850	1200/1741	119/96	119/95	0,5/0,52
			900	639 / -	94 / -	93/-	- / -

Примечание: в числителе приведены данные для УМЗ структуры после ВИК, а в знаменателе после ВИК-II.

\*Испытания при Т=675 °С проводились при скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , в этом случае удлинение составило  $\delta=370\%$ .

Например, при температуре 750 °С и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  уменьшение среднего размера зерен и фаз с 0,8 до 0,3 мкм привело к повышению значения относительного удлинения с 440 до 1048%. Максимальные характеристики сверхпластических свойств ( $\delta \geq 1000\%$ ) сплава ЭК61 с УМЗ структурой с размером зерен и фаз от 0,3 до 0,8 мкм достигаются в интервале температур 750...850 °С (Рисунок 3.14 а и 3.15). Следует отметить, при тех же

условиях деформации сплава ЭК61 с МЗ структурой типа микродулекс значения относительные удлинения не превышают 180% [187, 189].

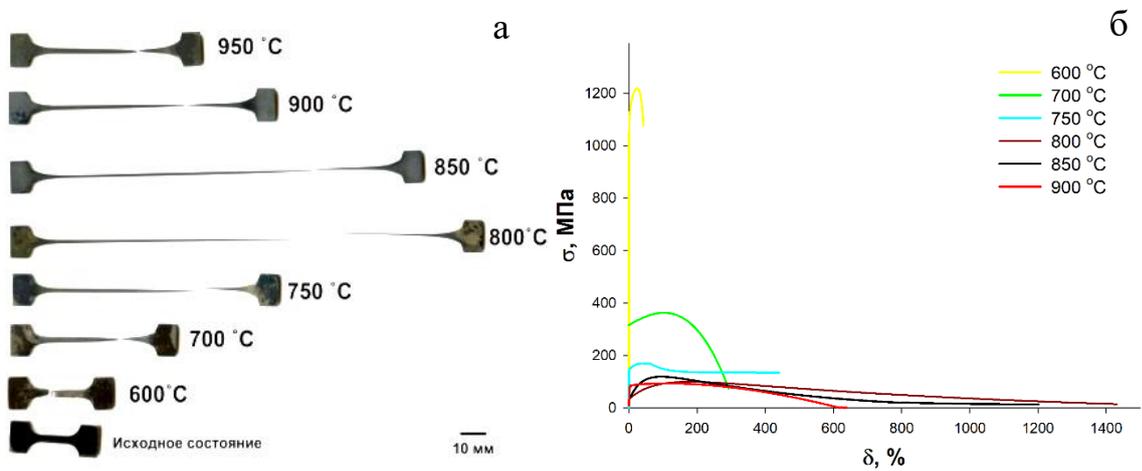


Рисунок 3.14 – Низкотемпературная СП УМЗ сплава ЭК61 после ВИК-I:  
а – общий вид растянутых образцов; б – зависимость напряжения от относительного удлинения

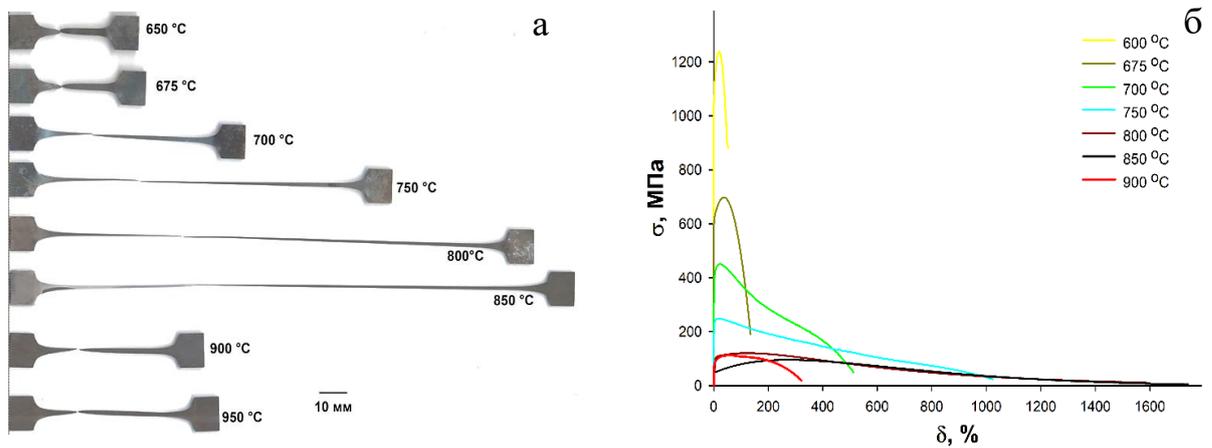


Рисунок 3.15 – Низкотемпературная СП УМЗ сплава ЭК61 после ВИК-II:  
а – общий вид растянутых образцов; б – зависимость напряжения от относительного удлинения

Показано, что уменьшение параметров УМЗ структуры, достигнутых за счет снижения конечной температуры обработки с 850 °С (ВИК-I) до 750 °С (ВИК-II) обеспечивает дополнительное повышение СП характеристик.

На рисунках 3.16...3.19 представлена микроструктура сплава ЭК61 после испытаний на СП. Характерным признаком СП деформации является сохранение равноосной формы зерен  $\gamma$ -фазы. Вместе с тем следует отметить, что при значительных степенях деформации ( $\delta \geq 500\%$ ) наблюдаются выделения частиц  $\delta$ -фазы, которые вытянуты преимущественно в направлении деформирования растяжением. Обнаружено также образование новых тонких пластин  $\delta$ -фазы, которые преимущественно выделены по границам зерен матричной  $\gamma$ -фазы. В структуре в рабочей части деформированного образца обнаруживаются единичные округлые и/или вытянутые в направлении растяжения поры размером не более 1 мкм. Вблизи зоны разрушения поры выстраиваются в цепочки длиной около 10...20 мкм и тем самым, по-видимому, ускоряют процесс разрушения образца.

*ВИК-I.* Микроструктурный анализ показал, что в рабочей части с повышением температуры деформации с 600 до 900 °С происходит укрупнение зерен с 0,8 до ~3 мкм, в то время как в головке зерно увеличивается лишь до 1,5 мкм. Это, очевидно, связано с тем, что деформация локализуется в рабочей части и головка находится только под воздействием температуры. В рабочей части интенсивно развивается СП деформация, что, по-видимому, приводит к укрупнению зерен матричной  $\gamma$ -фазы. Кроме того, повышение температуры деформации до 900 °С способствует активизации диффузионных процессов, ускоряющих растворение мелких и коагуляцию более крупных частиц  $\delta$ -фазы, что облегчает миграцию границ зерен и, соответственно, приводит к росту зерен  $\gamma$ -фазы.

СП характеристики проявляются в интервале температур 750...900 °С, а максимальные СП характеристики сплава ЭК61 с УМЗ структурой, полученной по режиму ВИК-I достигаются при температуре 800 °С ( $\delta=1431\%$ ,  $m=0,5$ ). После испытаний при этой температуре размер зерен  $\gamma$ -фазы увеличился с 0,8 мкм до

1,1 мкм (Рисунок 3.16) [187]. Коэффициент формы (отношение длины к ширине пластины  $\delta$ -фазы) для частиц  $\delta$ -фазы от головки в направлении зоны разрушения образца изменяется от значений 1,95 до 1,71, при этом объемная доля частиц в головке составляет 20%, а в рабочей части 15%.

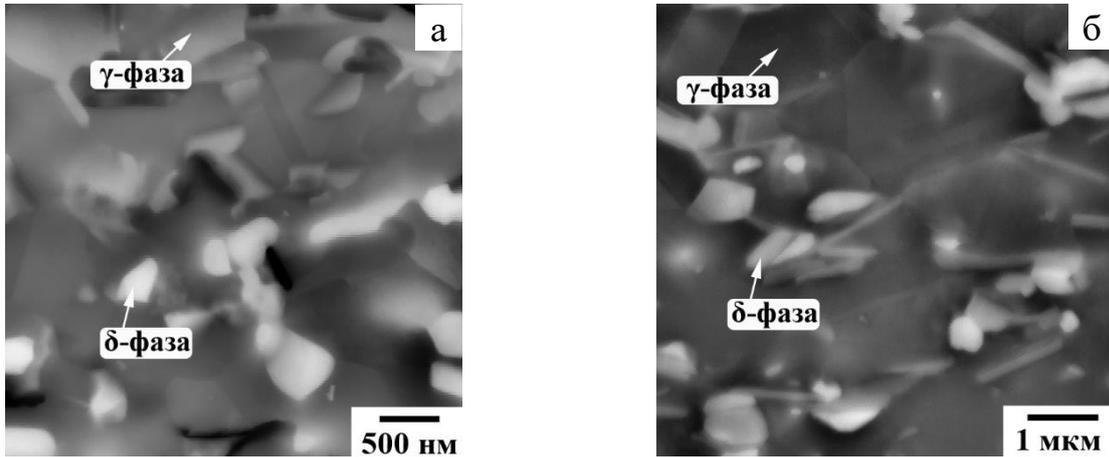


Рисунок 3.16 – Микроструктура образцов из УМЗ сплава ЭК61 (ВИК – I, 950...850 °C) после растяжения при 800 °C, скорость деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ : а – головка, б – рабочая часть

*ВИК-II.* После ДТО в интервале 950...750° C в заготовках формируется УМЗ структура с меньшим, чем после ВИК-I, размером зерен и фаз  $\sim 0,3$  мкм. Сплав ЭК61 с такими параметрами УМЗ структуры проявляет признаки СП в интервале температур 675...900 °C (Таблица 3.1). Например, при температуре 675 °C и скорости деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  относительное удлинение  $\delta=370\%$ , при этом значение напряжения течения составляет  $\sim 300$  МПа. При скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  СП наблюдается 700...850 °C, а для скорости деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  интервал проявления низкотемпературной СП расширяется в сторону более низких температур (675...850 °C). Микроструктура после испытаний при температуре 675 °C показана на рисунке 3.17. Происходит небольшое увеличение размера зерен  $\gamma$ -фазы с 0,3 до 0,6 мкм. В головке и рабочей части размер зерен  $\gamma$ -фазы незначительно отличается от исходного размера, хотя в рабочей части зерна крупнее и достигают размера 0,6...0,8 мкм.

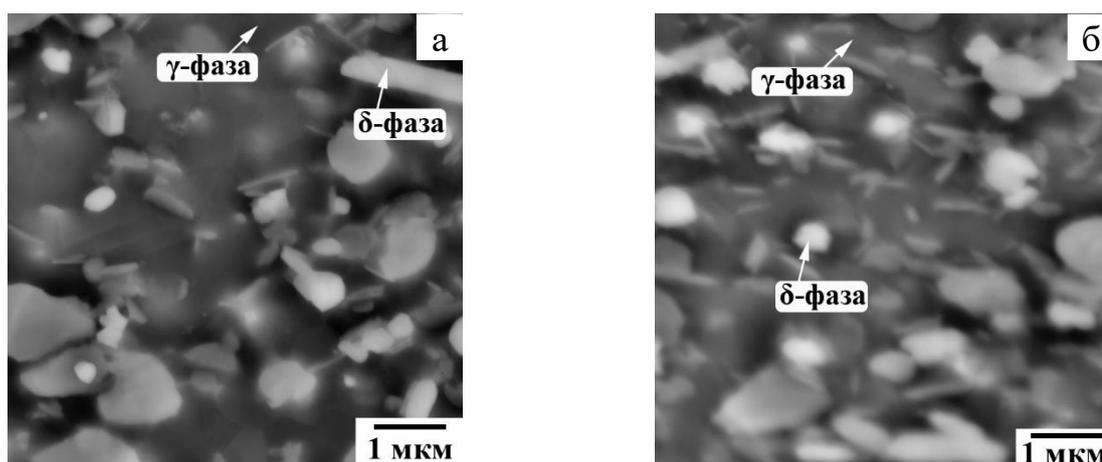


Рисунок 3.17 – Микроструктура образцов из УМЗ сплава ЭК61 (ВИК – II, 950...750 °С) после растяжения при 675 °С, скорость деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ : а – головка, б – рабочая часть

При низких температурах УМЗ структура стабильна, дальнейшее повышение температуры приводит к росту зерен  $\gamma$ -фазы, при этом происходит снижение объемной доли  $\delta$ -фазы, за счет частичного растворения. Так, например, повышение температуры до 850 °С привело к тому, что зерно  $\gamma$ -фазы выросло до 0,8 мкм, объемная доля  $\delta$ -фазы уменьшилась до 15%.

Максимальные СП характеристики достигаются при температуре 850 °С и скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , относительное удлинение  $\delta=1741\%$ . По сравнению с образцами с УМЗ структурой, полученной по режиму ВИК-I, где как было отмечено максимальные СП характеристики были получены при 800 °С при скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Такое отличие, вероятно, связано с тем, что размер зерен  $\gamma$ -фазы перед испытаниями на СП после разных режимов ВИК различен. Так, как было отмечено ранее размер зерен послековки по режиму ВИК-I составил 0,8 мкм, а послековки по режиму II составил 0,3 мкм. Деформация сплава с УМЗ структурой, полученной по режиму ВИК-I, при температуре 850 °С привела к тому, что размер зерен  $\gamma$ -фазы составил  $\sim 2,2$  мкм, т.е. структура трансформируется из УМЗ (размер зерен менее 1 мкм) в МЗ дуплексного типа, что, как известно [7, 64], должно снижать характеристики СП. В тоже время деформация сплава с УМЗ

структурой, полученной по режиму ВИК-II при температуре 850 °С привела к тому, что размер зерен  $\gamma$ -фазы успел вырасти только до значений порядка  $\sim 1$  мкм, т.е. структура сохраняется равноосной УМЗ и обеспечивает более высокие характеристики СП (Рисунок 3.18). Рост зерен обусловлен тем, что вторая фаза при такой температуре, согласно диаграмме состояния Ni-Nb (Рисунок 1.3), частично растворяется, вследствие чего границы матричной фазы могут свободно мигрировать и, как следствие, происходит рост зерен.

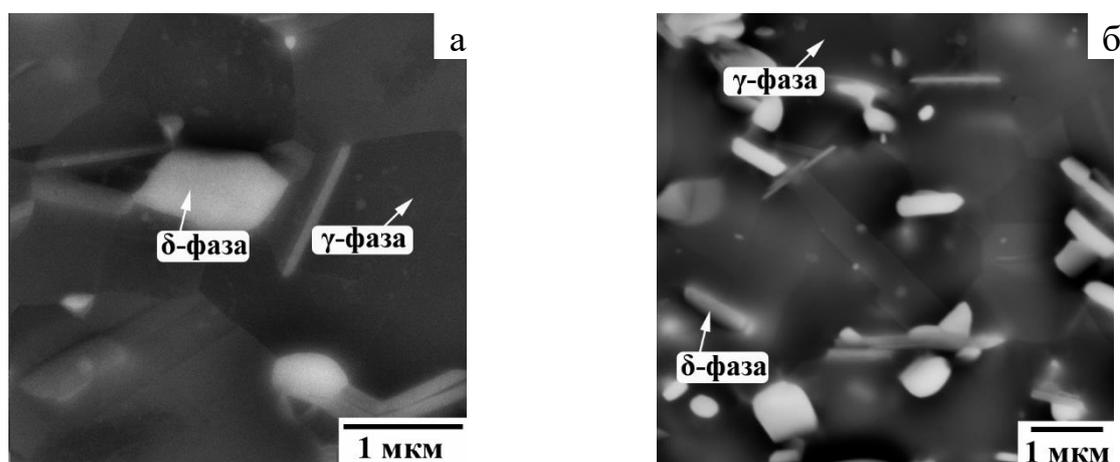


Рисунок 3.18 – Микроструктура в головке образцов из сплава ЭК61 после испытаний на СП при температуре 850 °С с исходной УМЗ структурой, полученной по режимам: а – ВИК-I, б – ВИК-II

Таким образом, после испытаний на СП сплава в интервале температур 600...850 °С ЭК61 с УМЗ структурой после ВИК-II микроструктура в головке и в рабочей сохраняется УМЗ (средний размер зерен и фаз не превышает 1 мкм). Термическая стабильность УМЗ структуры, сформированной по режиму ВИК-II, в указанных температурных условиях проявления эффекта низкотемпературной СП сплава ЭК61 обеспечивает достижение более высоких значений относительного удлинения, по сравнению с УМЗ структурой, полученной после ВИК-I.

### 3.3.2 Сверхпластичность сплава ЭП975

Впервые на сплаве ЭП975 показано, что формирование в нем смешанной структуры с УМЗ составляющей обеспечивает снижение температуры проявления СП по сравнению с ранее изученными МЗ состоянием (таблица 3.2) в котором оптимальная температура СП составляла 1100...1125 °С [1, 70]. Максимальные характеристики СП сплава ЭП975 с УМЗ структурой достигаются при температуре 950 °С, относительное удлинение составляет  $\delta=1490\%$ ,  $m=0,44$ ,  $\sigma=56$  МПа (Рисунок 3.19, таблица 3.2) [190].

Таблица 3.2 - Механические свойства сплава ЭП975 при испытаниях на СП

Сплав	ЭП975 УМЗ				ЭП975 МЗ [1, 70]					
	$d\gamma=0,8$ мкм				$d\gamma=2,5$ мкм				$d\gamma=8$ мкм	
T, °С	850	900	950	1000	900	950	1000	1125	1000	1125
$\delta$ , %	132	275	1490	1073	220	550	$\geq 550$		270	680
$\sigma$ , МПа	577	297	56	28	382	176	80	21	75	25
$m$	0,24	0,3	0,44	0,42	0,2	0,42	0,6	0,8	—	—

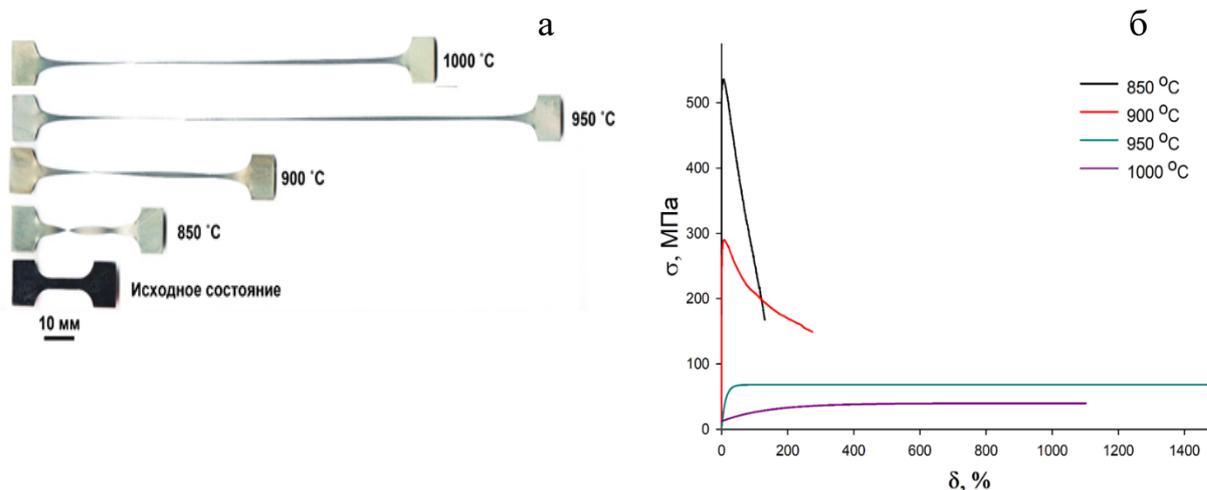


Рисунок 3.19 – Низкотемпературная СП сплава ЭП975:

а – общий вид растянутых образцов, б – зависимость напряжения от относительного удлинения

Анализ микроструктурных изменений при температуре 950 °С показал, что в сплаве ЭП975 с УМЗ структурой при СП деформации происходит некоторое укрупнение зерен ~на 20% в недеформированной головке, а в рабочей части увеличение более значительно до ~ 2 мкм (Рисунок 3.20).

Вышеизложенное свидетельствует, что сплав ЭП975 с УМЗ структурой проявляет признаки как низкотемпературной, так и высокотемпературной (характерной для материала с микродулексной структурой) СП.

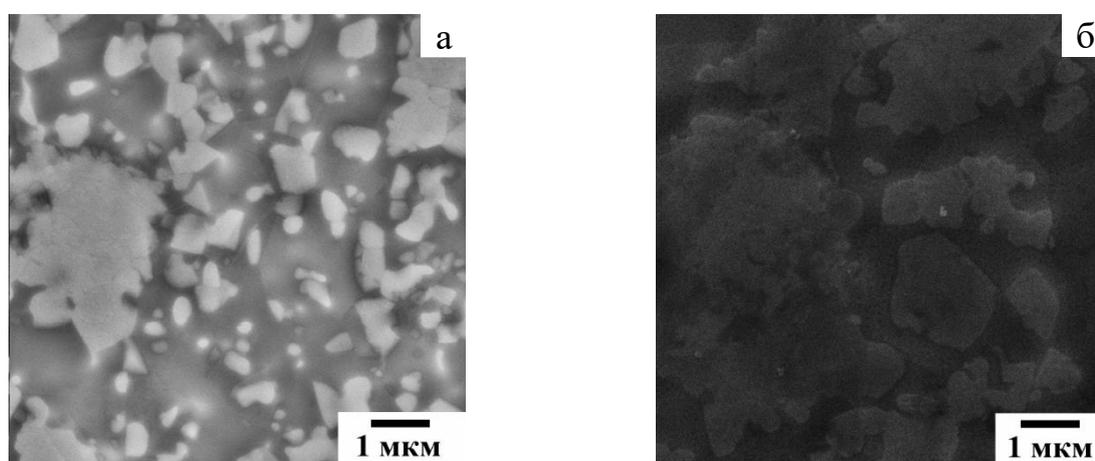


Рисунок 3.20 – Микроструктура образцов из УМЗ сплава ЭП975 после растяжения при 950 °С и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ :

а – головка, б – рабочая часть

При более низких температурах деформации микроструктура сохраняется стабильной. Повышение температуры деформации с 950 до 1000 °С приводит к дальнейшему укрупнению зерен. В рабочей части образцов на установившейся стадии сверхпластической деформации обнаруживаются единичные округлые поры размером не более 1 мкм. Вблизи зоны разрушения наблюдается тенденция к выстраиванию отдельных пор в цепочки в направлении оси растяжения длиной до 50 мкм. По-видимому, дальнейшее их слияние приводит к образованию более крупных пор (микротрещин) и, как следствие, разрушению деформированного образца. Образование пор наблюдается преимущественно вблизи карбидных частиц, что согласуется с данными работы [70].

### 3.4 Выводы по главе 3

1. Показано, что в сплаве ЭК61 посредством обработки по режиму ВИК-I в интервале температур 950...850 °С во всем объеме деформированной поковки формируется УМЗ структура смешанного типа: средний размер зерен  $\gamma$ -фазы составляет  $0,8 \pm 0,2$  мкм, а некогерентных частиц  $\delta$ -фазы равен  $0,75 \pm 0,15$  мкм. Уменьшение температуры ДТО до 750 °С (режим ВИК-II в интервале 950...750 °С) приводит к дополнительному измельчению УМЗ структуры (с размерами  $\gamma$ -фазы и частиц  $\delta$ -фазы  $\sim 0,3 \pm 0,1$  мкм). При этом в обоих случаях наряду с УМЗ составляющей в структуре сплава наблюдаются отдельные крупные частицы  $\delta$ -фазы размером до  $2 \pm 0,5$  мкм, которые сохранились и являются «наследственными».
2. Сплав ЭК61 с УМЗ структурой смешанного типа демонстрирует эффект низкотемпературной СП в интервале температур 675...850 °С, максимальные характеристики СП достигаются при температурах 850 °С ( $\delta=1741\%$ ,  $m=0,52$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ) и 800 °С ( $\delta=1431\%$ ,  $m=0,4$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ).
3. Показано, что при низкотемпературной ДТО (1000...950 °С) в сплаве ЭП975 МЗ структура трансформируется сформирована в УМЗ структуру смешанного типа со средним размером новых некогерентных выделений  $\gamma'$ -фазы и зерен  $\gamma$ -фазы  $0,8 \pm 0,2$  мкм. В структуре присутствуют также крупные частицы  $\gamma'$ -фазы, которые были ранее образованы на стадии формирования микродуплексной структуры размером  $4,5 \pm 1,2$  мкм.
4. Низкотемпературная СП сплава ЭП975 с УМЗ структурой смешанного типа наблюдается в интервале температур 900...950 °С, а максимальный эффект достигается при температуре 950 °С ( $\delta=1490\%$ ,  $m=0,44$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ).

## ГЛАВА 4 ПОЛУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ ОДНОИМЕННЫХ ЭК61//ЭК61 И РАЗНОИМЕННЫХ ЭК61//ВКНА-МОНО СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Как было отмечено в главе 2, сплав ЭК61 является методически удобным для проведения модельных экспериментов поскольку относится к классу свариваемых никелевых сплавов. Поэтому указанный сплав был выбран для отработки методологического подхода к получению ТФС посредством сварки давлением с использованием сверхпластической деформации, а также оценки влияния рельефа соединяемых поверхностей на получение качественного ТФС.

### 4.1 Сварка давлением образцов из деформируемого сплава ЭК61

#### *4.1.1 Влияние исходной микроструктуры на формирование твердофазного соединения при сварке давлением одноименных сплавов ЭК61//ЭК61*

Для оценки свариваемости в твердом состоянии одноименных образцов из сплава ЭК61 в различных структурных сочетаниях, например, ЭК61(КЗ)//ЭК61(УМЗ), были проведены эксперименты по СД образцов в идентичных температурно-скоростных условиях. Для СД образцов были использованы образцы с УМЗ структурой, полученной по режиму ВИК-I. СД проводили при температуре 800 °С. На рисунках 4.1...4.3 представлены микроструктуры зон ТФС образцов из сплава ЭК61. Стрелками указана линия ТФС.

При исследованной температуре сплав ЭК61 с КЗ структурой не обладает СП свойствами. По результатам эксперимента было обнаружено (Рисунок 4.1 а), что соединить два образца с КЗ структурой не удалось. При этом деформация образцов была минимальная и составила 5%. По-видимому, для обеспечения физического контакта с последующим схватыванием необходимо повысить температуру сварки давлением на ~150 °С, чтобы активизировать диффузионные процессы в

крупнозернистом материале, и тем самым создать более благоприятные условия для получения ТФС, как это было показано в работе [134] на примере сплава Inconel 718.

Исследования показали, что при соединении двух образцов из сплава ЭК61 с УМЗ структурой ЭК61(УМЗ)//ЭК61(УМЗ) при температуре 800 °С суммарная степень деформации составила  $\epsilon=35\%$  (относительно суммарной высоты двух образцов). При этом соединяемые образцы продеформировались одинаково (Рисунок 4.1 б, в). Анализ микроструктуры после СД показал, что существенных изменений по сравнению с исходным УМЗ состоянием не наблюдается: морфология и параметры микроструктуры идентичны исходной УМЗ структуре. В зоне ТФС выявляются поры, относительная протяженность которых не превышает 10%.

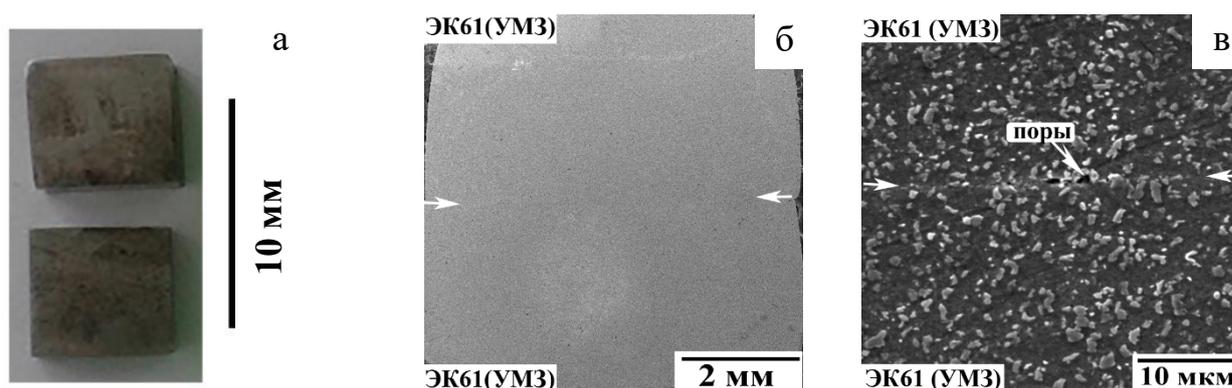


Рисунок 4.1 – Образцы из сплава ЭК61 после СД при 800 °С:

а – СД двух КЗ образцов, б, в – СД двух УМЗ образцов

Приведенные в данном разделе результаты исследований, опубликованные в соавторстве в работах [162, 169], по СД одноименных сплавов ЭК61//ЭК61 с разной микроструктурой ЭК61(УМЗ)//ЭК61(КЗ) показали следующее (Рисунок 4.2). Установлено, что основная деформация локализуется в образце с УМЗ структурой ( $\epsilon\approx 45\%$ ), при этом общая степень деформации не превысила  $\epsilon\approx 29\%$ . В центральной зоне соединяемых образцов поверхность соединения перпендикулярна оси приложенной нагрузки. Указанная зона ТФС характеризуется высокой

относительной протяженностью пор, объемная доля которой составляет ~70%. В то же время в периферийных зонах ТФС (вблизи боковой поверхности образцов) (Рисунок 4.2 в), вследствие локальной пластической деформации, обусловленной особенностями напряженно-деформированного состояния при схеме деформации одноосного сжатия (Рисунок 4.2 а) выявляются участки, расположенные под наклоном к оси приложенной нагрузки. В этих участках сформировано качественное ТФС, о чем свидетельствует низкая относительная протяженность пор (менее 10%).

Для более глубокого понимания микроструктурных особенностей формирования ТФС совместно с д.ф.-м.н. Дмитриевым С.В. и к.т.н. Ахуновой А.Х. было проведено численное моделирование напряженно-деформированного состояния в образцах при их соединении в процессе СД [168, 169]. Картина распределения сдвиговой деформации, совмещенная с общим видом сварных образцов из сплава ЭК61, показана на рисунках 4.2 а и 4.3 а.

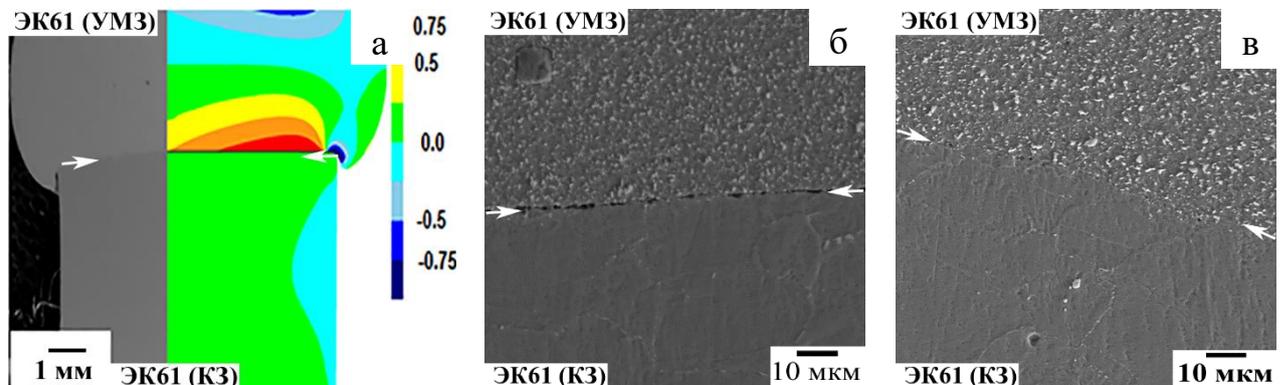


Рисунок 4.2 – Соединенные образцы в сочетании КЗ//УМЗ (СД сплава ЭК61 при 800 °С): а – общий вид; б,в – локальные участки зоны ТФС

При выбранной схеме деформации (одноосное сжатие) СД деформация распределяется неравномерно: в центральной части сварного образца формируется так называемая «застойная зона», величина сдвиговой деформации увеличивается от центра к периферии, где и обнаруживается максимальная локализация деформации. Поэтому образование беспористого ТФС в центральной зоне

затруднено, а в периферийной зоне ТФС становится возможным сверхпластическое течение в УМЗ материале и локальная деформация образца с КЗ структурой. Развитие таких деформационных процессов в зоне ТФС, по-видимому, приводит к возникновению наклонных участков и формированию в этих участках практически беспористого ТФС, что следует из данных эксперимента.

На рисунке 4.3 представлены результаты СД одноименных образцов из сплава ЭК61 через тонкую НК прослойку [168,193], которая была получена ранее после ИПД на наковальнях Бриджмена при комнатной температуре (Рисунок 3.4). Необходимо отметить следующее: СД проводилась при  $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$  и при прогреве перед СД образцов, НК структура во всем объеме прослойки трансформировалась в УМЗ, размер зерен и фаз (не превышал 1 мкм). Поэтому далее по тексту для прослойки указывалась структура УМЗ.

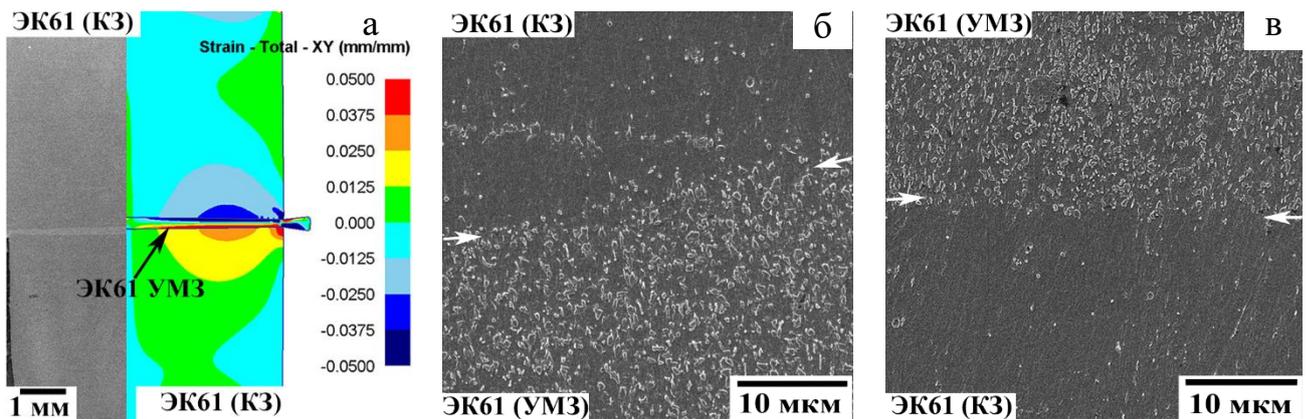


Рисунок 4.3 – Соединенные образцы в сочетании КЗ//УМЗ// КЗ (СД сплава ЭК61 при  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ): а – общий вид; б,в – локальные участки зоны ТФС

Обнаружено, что деформация локализуется в УМЗ прослойке, в которой деформация распределяется неравномерно и возрастает от центра к периферии до 50%. При этом суммарная степень деформации соединяемых образцов составляет лишь 16%. Относительная протяжённость пор в сварных образцах, полученных с использованием УМЗ прослойки, как в центральной зоне ТФС, так и на периферии не превышает 10% (Рисунок 4.3 б, в). Граница раздела между соединенными

образцами с КЗ структурой через УМЗ прослойку выявляется за счет различной травимости КЗ и УМЗ структурных состояний сплава ЭК61.

Совместный анализ результатов экспериментального и КЭМ напряженно-деформированного состояния (Рисунок 4.3 а) показал, что в периферийных зонах ТФС, где имеет место наибольшая сдвиговая деформация, формируется наиболее качественное ТФС (Рисунок 4.3 б, в). При температуре СД ( $T=800$  °С) значения напряжения течения сплава ЭК61 с КЗ структурой в  $\sim 3$  раза выше, чем в этом материале с УМЗ структурой. Поэтому неудивительно, что образцы с КЗ структурой практически не испытывают деформацию, которая составляет 3...5%.

Таким образом, показано, что во всех исследованных сочетаниях сварных образцов из одноименных сплавов ЭК61, как и предполагалось, вся сверхпластическая деформация локализуется в УМЗ сплаве. Структура УМЗ сплавов сохраняется равноосной, что является характерным признаком СП.

#### 4.1.2 Исследование прочности сварных образцов из одноименных сплавов ЭК61//ЭК61

*Прочность сварных соединений.* Для оценки качества соединения были проведены испытания на растяжение при комнатной температуре исходных сплавов с КЗ и УМЗ структурой, а также образцов с ТФС (таблица 4.1).

Таблица 4.1 – Прочность исходного материала и сварных соединений.

Состояние	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_B$ (ТФС) / $\sigma_B$ (КЗ)
КЗ	900	-
УМЗ	1440	-
КЗ//УМЗ//КЗ	454	0,5
КЗ//УМЗ	200	0,22

Общий вид образца после испытания показан на рисунке 4.4 а, фактография поверхности разрушения представлена на рисунке 4.4 б ... г. По результатам механических испытаний показано, что самое прочное соединение получено при

СД образцов с КЗ структурой через УМЗ прослойку, т.е. в сочетании КЗ//УМЗ//КЗ. Предел прочности составил 454 МПа ( $0,52 \sigma_{в.исх.}$ , где  $\sigma_{в.исх.}$  – предел прочности исходного КЗ состояния).

*Фрактографический анализ* изломов показал, что разрушение сварных образцов из сплава ЭК61 как в сочетании КЗ//УМЗ, так и в КЗ//УМЗ//КЗ произошло по ТФС (Рисунок 4.4) преимущественно по границам зерен. Видны участки (следы) схватывания на изломе каждой половины образца после разрушения. На поверхности разрушения сварных образцов в сочетании КЗ//УМЗ имеется рельеф, представляющий собой отдельные участки с углублениями (ямками), в которых, по-видимому, произошло схватывание. Анализ фактографии поверхности разрушения сварных образцов через прослойку показал, что на обеих половинках видны следы границ КЗ материала. Внутри крупных зерен наблюдается микрорельеф, параметры которого сопоставимы с размером зерен УМЗ материала (следы схватывания размером  $\sim 1$  мкм). Вероятно, в обоих случаях наблюдается хрупко-вязкий характер разрушения сварных образцов.

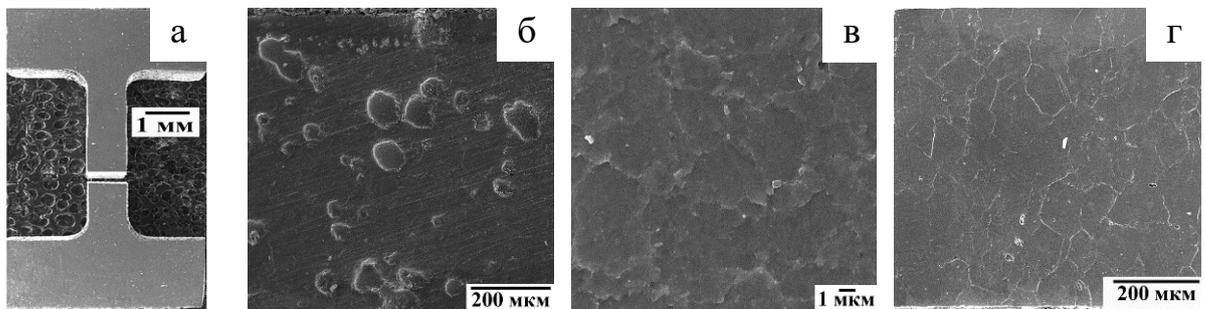


Рисунок 4.4 – Общий вид разрушенного сварного образца сплава ЭК61 (а) и фрактография поверхности разрушения (б-г) после испытаний на растяжение при комнатной температуре.

Сварные соединения: б – КЗ//УМЗ; в,г – КЗ//УМЗ//КЗ

При этом следует отметить, что напряженно-деформированное состояние при СД массивных образцов в сочетании КЗ//УМЗ отличается от напряженно-деформированного состояния, которое возникает при сварке двух образцов с КЗ структурой через тонкую НК прослойку, при прогреве при температуре сварки

трансформировалась в УМЗ. По-видимому, это обстоятельство оказало существенное влияние на формирование ТФС и более высокие характеристики прочности сварных образцов из сплава ЭК61 через НК (УМЗ) прослойку.

Вышеприведенные результаты по анализу микроструктуры ТФС образцов из одноименных сплавов ЭК61 хорошо согласуются с результатами по сварке одноименных образцов из зарубежного сплава Inconel 718 приведенными в работе [120], в которой были сварены аналогичные образцы на том же оборудовании (ИМАШ 20-78). Однако в указанной работе не было результатов механических испытаний по оценке прочности полученных ТФС.

#### **4.2 Сварка давлением разноименных ЭК61//ВКНА-моно сплавов на основе никеля**

В предыдущем разделе 4.1 показано, что при СД образцов в центральной части может формироваться застойная зона. Кроме этого интерес представляют исследования, направленные на получение соединений в твердом состоянии из разноименных сплавов на основе никеля, в частности, в сочетании деформируемого сплава ЭК61 и литого интерметаллидного сплава ВКНА-моно. Учитывая эти два обстоятельства, в данном разделе было рассмотрено влияние рельефа, нанесенного на свариваемую поверхность сплава ВКНА-моно, на получение ТФС с деформируемым сплавом ЭК61 с УМЗ структурой.

*Сплав ВКНА-моно.* Исходная микроструктура сплава ВКНА-моно показана на рисунке 4.5. В исходном состоянии экспериментальный сплав ВКНА-моно представляет собой естественный эвтектический композит ( $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al + 10...15%  $\gamma$ -Ni), который имеет дендритно-ячеистую структуру с избытком междендритных выделений ( $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al) (Рисунок 4.5). Двухфазные дендриты состоят из выделений  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al (матрицы), разделенные тонкими иногда прерывистыми прослойками  $\gamma$ -твердого раствора на основе Ni [160].

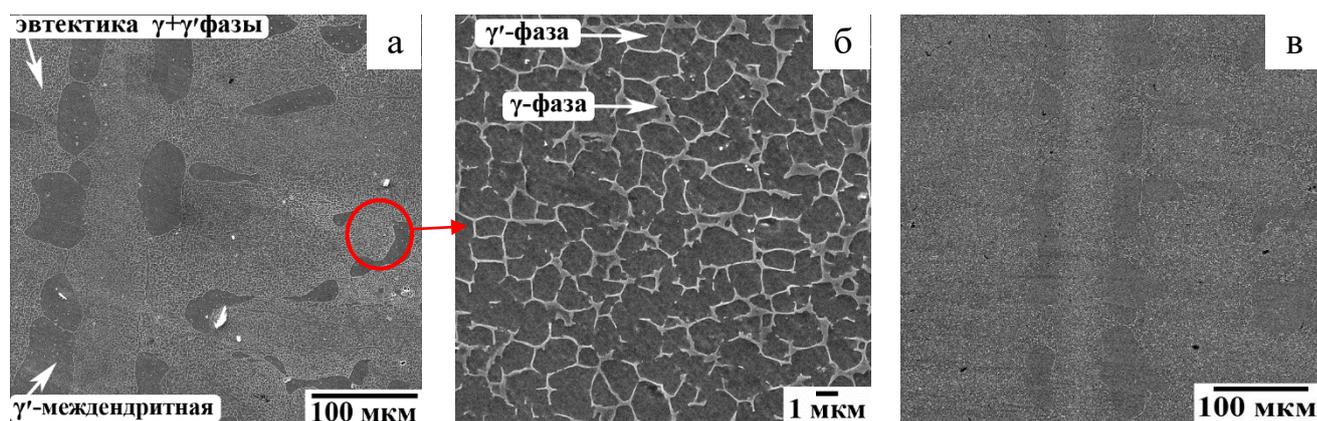


Рисунок 4.5 – Микроструктура сплава ВКНА-моно с монокристаллической структурой: а, б – поперечное сечение; в – продольное сечение

#### 4.2.1 Физическое и компьютерное моделирование сварки давлением разноименных сплавов на основе никеля ЭК61//ВКНА-моно

Как было показано в главе 4.1, при СД образцов с плоской поверхностью в центральной зоне соединяемых образцов формируются зоны затрудненной деформации, оказывающие неблагоприятное влияние на образование физического контакта, и, как следствие, ухудшать качество соединения. Предварительное создание рельефа на поверхности более твердого материала позволит обеспечить перераспределение деформации в зоне соединения. Также проведено исследование влияния температуры СД на получение ТФС [168-170].

*СД образцов с плоской поверхностью.* Проведен сравнительный анализ сварных образцов в сочетании ЭК61//ВКНА-моно, полученных при температурах 800 °С и 850 °С. В обоих случаях вся деформация локализуется в УМЗ сплаве ЭК61, степень деформации которого составила  $\varepsilon=50\%$ . В сплаве ВКНА-моно наблюдается небольшое бочкообразование, это позволяет считать, что ВКНА-моно подвергается незначительной деформации, обусловленной напряженно-деформированным состоянием и не превышающей 2%. В результате СД при  $T=800\text{ °С}$  в зоне ТФС наблюдается пористость, относительная протяжённость которой достигает 15%. Повышение температуры на 50 °С позволяет получить соединение с меньшей пористостью, составляющей не более 7% (Рисунок 4.6).

Вероятно, повышение температуры на 50 °С приводит к тому, что активируются диффузионные процессы, которые вносят дополнительный вклад в залечивание пор, возникших при СД. Поэтому для исследований влияния рельефа на формирование ТФС была выбрана температура  $T=850$  °С.

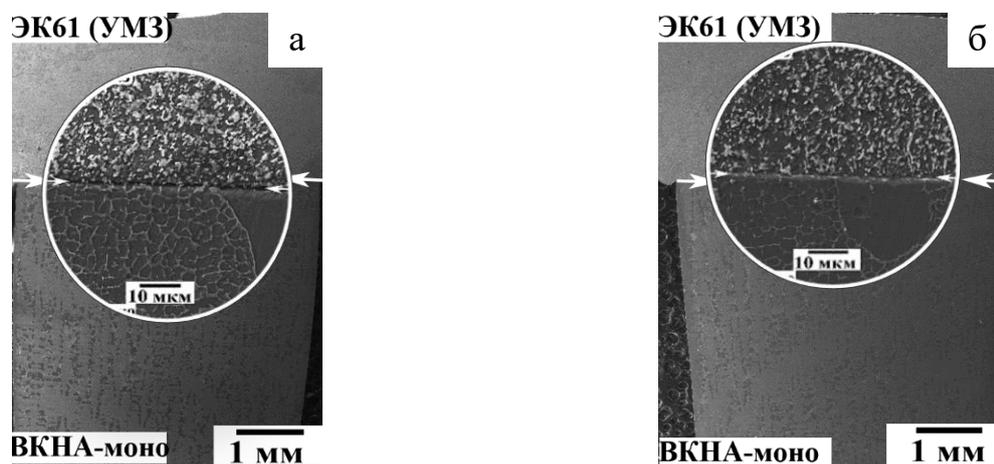


Рисунок 4.6 – Общий вид сварных образцов, совмещенный с увеличенными локальными участками зоны ТФС. Сварные соединения ЭК61//ВКНА-моно, полученные при температурах: а – 800 °С; б – 850 °С

Сравнивая с результатами СД однородных сплавов ЭК61, представленных в главе 4.1, при СД разноименных сплавов при степени деформации порядка 50% формируется практически беспористое соединение даже в центральной части, где обычно возникают зоны затрудненной деформации, вероятно, это связано с тем, что соединяемые сплавы ЭК61 и ВКНА-моно имеют разный химический состав [160, 165]. Это различие обуславливает возникновение диффузионных потоков элементов таких как, например, Al, Ni, Cr, но на небольшую глубину порядка  $5\pm 2$  мкм, вследствие низкой температуры (850 °С). Ширина переходной диффузионной зоны вглубь каждого сплава зависит от его структуры: площади и типа границ (межфазных, межзеренных, междендритных). По-видимому, диффузия, которая активизируется в зоне ТФС по границам зерен под воздействием превалирующего механизма СП деформации (ЗГП) в сплаве ЭК61 с УМЗ структурой способствует «залечиванию» пор в процессе создания

физического контакта при СД, и тем самым обеспечивает формирование соединения относительной протяженностью пор менее 7%.

*Влияние формы рельефа на формирование ТФС при СД разноименных сплавов на основе никеля ЭК61//ВКНА-моно.* Результаты исследований по экспериментальному и конечно-элементному моделированию влияния формы рельефа на соединяемых поверхностях на формирование ТФС сплава ЭК61 с УМЗ структурой с интерметаллидным сплавом ВКНА-моно, представленные в данном разделе, были получены совместно с д.ф.-м.н. Дмитриевым С.В. и к.т.н. Ахуновой А.Х. и опубликованы в работах [170, 172, 174]. В проведенных экспериментах во всех случаях рельеф был сформирован на поверхности более прочного литого интерметаллидного сплава ВКНА-моно с монокристаллической структурой.

По результатам конечно-элементного моделирования выявлено (Рисунок 4.7), что при СД образцов с прямоугольной и треугольной формой рельефа требуется большее время затекания материала в углы, характеризующиеся большой кривизной поверхности [170, 172]. По-видимому, поэтому, как показали эксперименты, в углах образования полного физического контакта нет.

Экспериментальные результаты показали, что при СД разноименных сплавов в сочетании ЭК61//ВКНА-моно практически вся деформация локализуется в УМЗ сплаве ЭК61, что важно для сохранения монокристаллической структуры. Такое поведение, согласно рисунку 3.7 в разделе 3, можно объяснить тем, что при выбранной температуре деформации напряжения течения ЭК61 значительно ниже предела текучести сплава ВКНА-моно. По сравнению с плоской поверхностью для заполнения рельефа требуется большая степень деформации сплава ЭК61, составляющей ~ 54...60% [167, 170].

По результатам исследований обнаружено, что полный физический контакт обеспечивается в образцах, где отсутствуют углы, то есть в случае формирования синусоидального рельефа (Рисунок 4.8 г), либо его отсутствия (плоская поверхность соединения). В образцах с таким рельефом, где присутствуют углы на поверхности (треугольные, прямоугольные, трапециевидальные) полного затекания

пластичного материала в углы не произошло (Рисунок 4.8 б, в, д), тогда как на вертикальных участках и наклонных есть соединение [170].

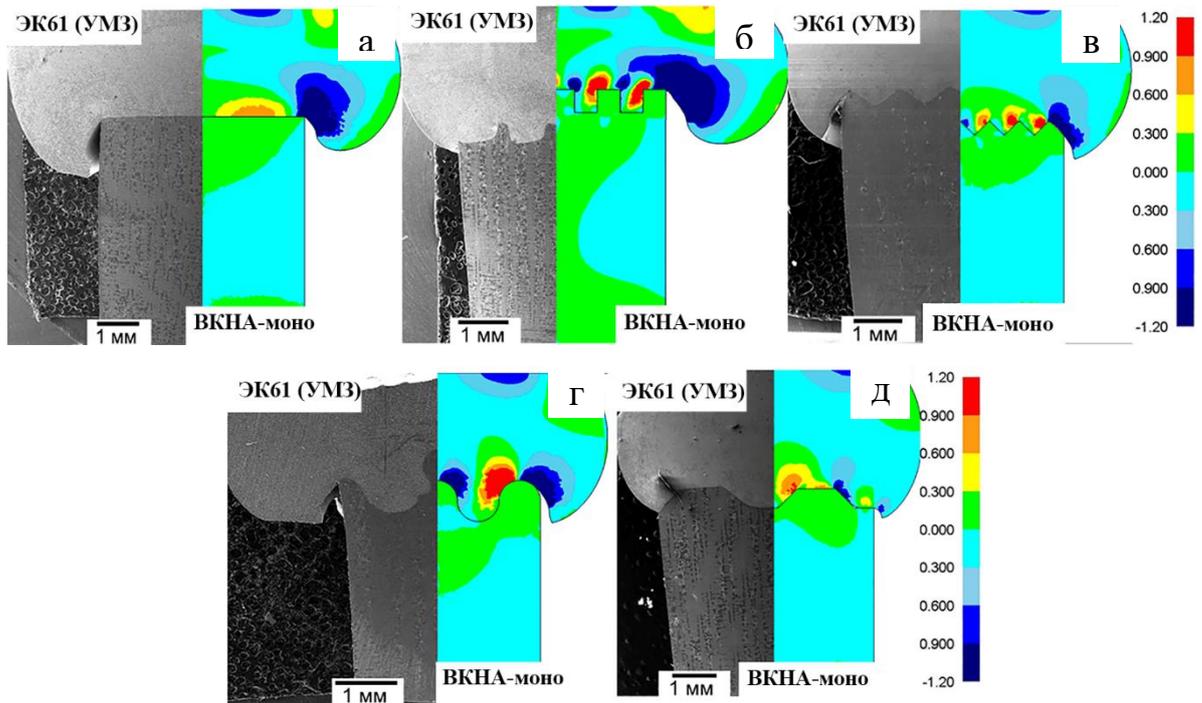


Рисунок 4.7 – Общий вид сварных образцов с различной формой рельефа на свариваемой поверхности для соединений ЭК61//ВКНА-моно: а – плоская; б – прямоугольная; в – треугольная; г – синусоидальная; д – трапецеидальная

Микроструктурный анализ показал, что во всех случаях сохраняется граница раздела. Ширина диффузионной зоны (зоны взаимодействия) по данным ЭДА составляет 3...5 мкм. При сварке давлением образцов с рельефом в форме синусоиды происходит полный физический контакт, отсутствие углов благоприятно влияет на создание беспористого соединения. По данным микроструктурных исследований и ЭДА во всех исследованных сочетаниях в зоне ТФС каких-либо хрупких частиц не обнаружено. В образцах с рельефом в форме трапеции в углах пористость ~30%, а на наклонных участках не более 10%. В образцах с прямоугольной формой рельефа в углах пористость ~41%, а на наклонных участках не более 7%.

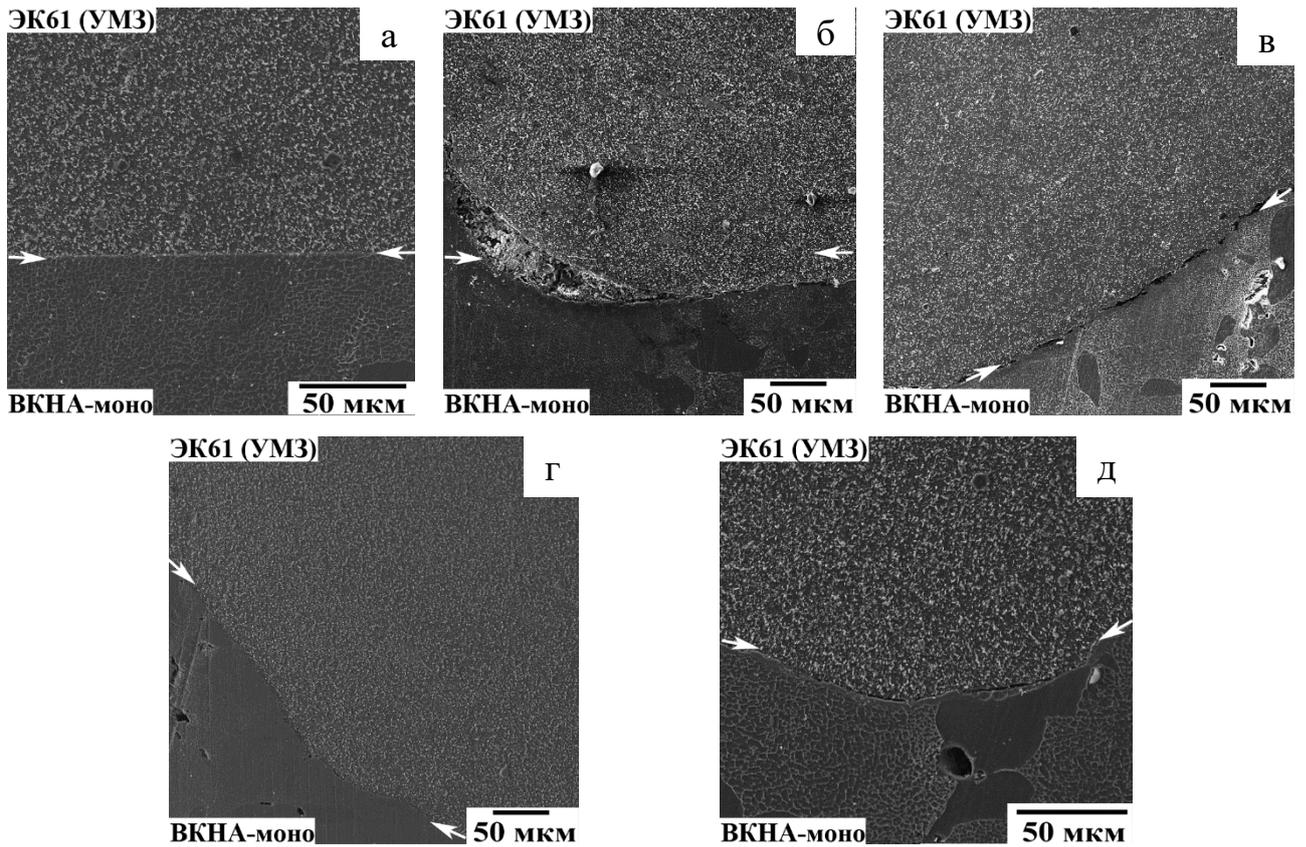


Рисунок 4.8 – Локальные участки зоны ДФС в соединениях ЭК61//ВКНА-моно с различной формой рельефа на свариваемой поверхности: а – плоская; б – прямоугольная; в – треугольная; г – синусоидальная; д – трапецеидальная

#### *4.2.2 Микротвердость твердофазных соединений с различной формой рельефа из разноименных сплавов на основе никеля ЭК61//ВКНА-моно*

Микротвердость сварных образцов оценивали сравнением значений микротвердости в центральной части базовых сплавов и в зоне соединения (Рисунок 4.9). В сварных образцах, где рельефная поверхность имела углы, микротвердость измерялась на вертикальных и наклонных участках где есть соединение. По результатам измерений установлено, что во всех изученных случаях микротвердость изменяется монотонно при переходе от одного соединяемого материала к другому. Однако необходимо учесть, что диаметр отпечатка составляет приблизительно 16...20 мкм, а ширина диффузионной зоны составляет не более  $5 \pm 2$  мкм, поэтому в зону индентирования попадает участок основного материала. Тем не менее, отсутствие каких-либо пиков в значениях

микротвердости подтверждает, что в зоне ТФС нет твердых выделений дополнительных фаз [170, 172].

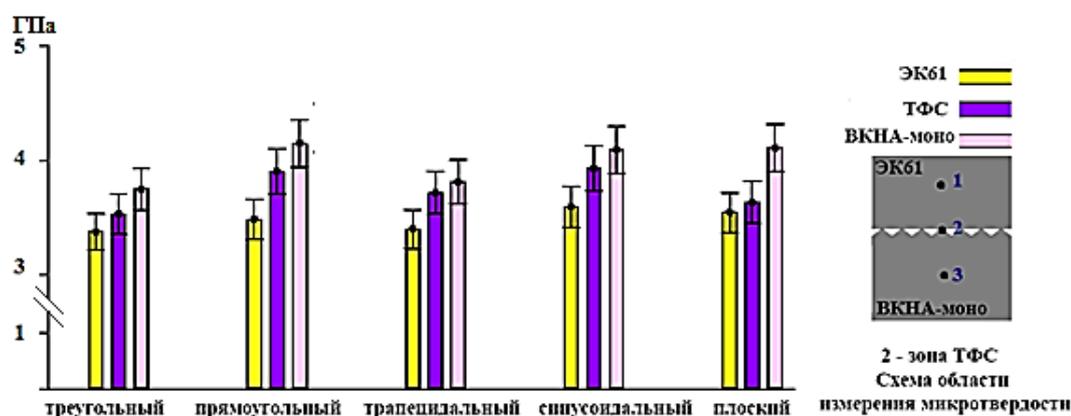


Рисунок 4.9 – Микротвердость зоны ТФС в соединениях ЭК61//ВКНА-моно с различной формой рельефа на свариваемой поверхности

#### 4.3 Выводы по главе 4

1. Показано, что для получения ТФС из одноименных сплавов ЭК61 необходимо и достаточно, чтобы хотя бы в одном соединяемом образце был реализован эффект СП. Например, использование прослойки с УМЗ или НК структурой позволяет соединить два КЗ образца при пониженных температурах.
2. Показано, что СД является эффективным методом получения ТФС из разноименных сплавов: литого сплава ВКНА-моно и деформируемого никелевого ЭК61 с УМЗ структурой. Показано, что создание рельефа на соединяемой поверхности более прочного сплава ВКНА-моно способствует увеличению фактической контактной площади, а также способствует созданию локальных очагов сдвиговой деформации в центральной зоне. Наиболее полный физический контакт обеспечивается в том случае, когда рельеф имеет форму синусоиды либо полностью отсутствует.

## ГЛАВА 5 ПОЛУЧЕНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ РАЗНОИМЕННЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ ЭП975//ВКНА-25 И ЭП975//ВКНА-МОНО

В данном разделе проанализирована эффективность использования метода СД с использованием сверхпластической деформации для получения ТФС между деформируемым никелевым сплавом ЭП975 и интерметаллидными сплавами ВКНА-моно и ВКНА-25. Исходная микроструктура сплава ВКНА-моно представлена в предыдущей главе 4.2 (Рисунок 4.5). На рисунке 5.1 представлена микроструктура сплава ВКНА-25 в исходном состоянии [164, 166].

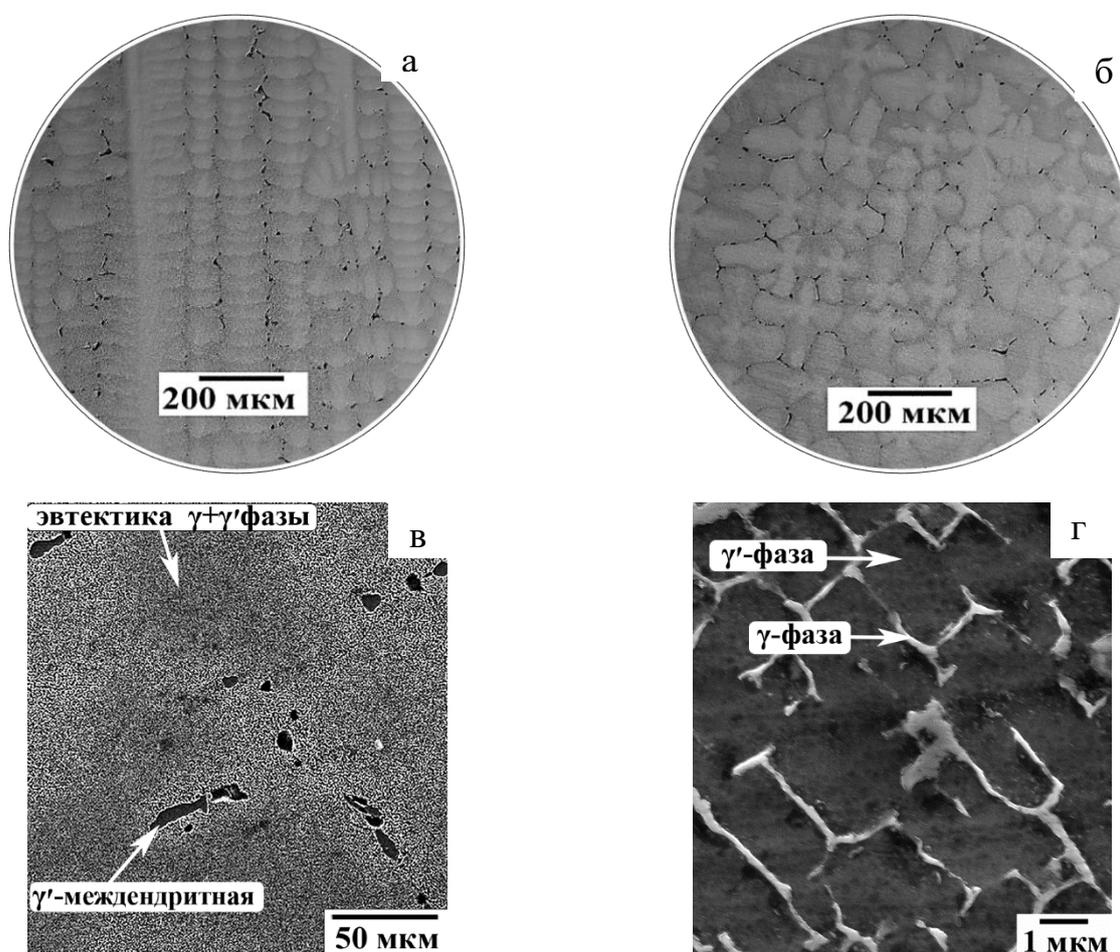


Рисунок 5.1 – Микроструктура литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 с монокристаллической структурой: а – продольное сечение; б-г – поперчное сечение

Оба исследуемых интерметаллидных сплава в монокристаллическом состоянии имеют аналогичную дендритно-ячеистую структуру. Двухфазные дендриты: матрица –  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al (0,3...1,0 мкм), разделенная тонкими иногда прерывистыми прослойками (70...140 нм)  $\gamma$ -твердого раствора на основе Ni. В структуре также присутствуют крупные междендритные выделения  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al размером от 5 до 70 мкм. Объемная доля последних составляет 10...12%.

### **5.1 Сварка давлением деформируемого сплава ЭП975 с литыми интерметаллидными сплавами ВКНА-25 и ВКНА-моно**

На рисунке 5.2 представлены микроструктуры участков ТФС образцов, полученных СД в вакууме ( $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па) при  $T=1125$  °С (оптимальная температура проявления СП в сплаве ЭП975 с МЗ структурой [1, 70]) в сочетании ЭП975//ВКНА-25 (а) и ЭП975//ВКНА-моно (б), при этом степень деформации сплава ЭП975 составила 24% и 23%, соответственно.

Сравнительный анализ микроструктур сварных образцов ЭП975//ВКНА-25 и ЭП975//ВКНА-моно позволил выявить общие закономерности и отличия после формирования ТФС. Общие закономерности формирования ТФС в исследуемых сварных образцах из разноименных сплавов на основе никеля заключаются в следующем: деформация локализуется в сверхпластичном сплаве ЭП975, а сплавы ВКНА-25 и ВКНА-моно практически не подвергаются деформации (степень деформации не более 1%). Между соединяемыми сплавами видна граница раздела. В сплаве ЭП975 после СД микроструктура сохраняется МЗ дуплексного типа. Размеры зерен матричной  $\gamma$ -фазы составляют 8...12 мкм,  $\gamma'$ -фазы 4...6 мкм, объемная доля крупных частиц  $\sim \gamma'$ -фазы  $V=25 \pm 3\%$ . Между соединяемыми сплавами существует концентрационное различие легирующих элементов, что обуславливает формирование при СД встречных диффузионных потоков в зоне ТФС, что подтверждается результатами ЭДА, приведенными в [160, 165, 178]. При температуре 1125 °С, соответствующей  $\sim 0,9 T_{пл}$  сплава ЭП975 активно развивается гетеродиффузия и наступает стадия объемного взаимодействия. В результате этого

формируется зона диффузионного взаимодействия, так называемая диффузионная зона, которая характеризуется образованием градиентных структур. Химический и фазовый состав соединяемых сплавов, а также режимы СД, оказывают существенное влияние на формирование и строение градиентных структур. ЭДА зоны ТФС показал, что в процессе СД имеет место гетеродиффузия легирующих элементов. Происходит диффузия Ni и Al из интерметаллидного типа ВКНА в деформируемый сплав ЭП975. Одновременно с этим протекает встречная диффузия Cr и Co из высоколегированного сплава ЭП975 в монокристаллический сплав. По сравнению с вышеуказанными элементами, имеющими небольшой атомный радиус (1,24...1,28 нм), диффузия других элементов (W, Ti и Nb), которые имеют больший атомный радиус 0,140...0,147 нм, происходит менее активно. Хрупких интерметаллидных частиц не обнаружено. Очевидно, это обусловлено единой системой легирования соединяемых сплавов, которая является традиционной для жаропрочных сплавов на основе никеля.

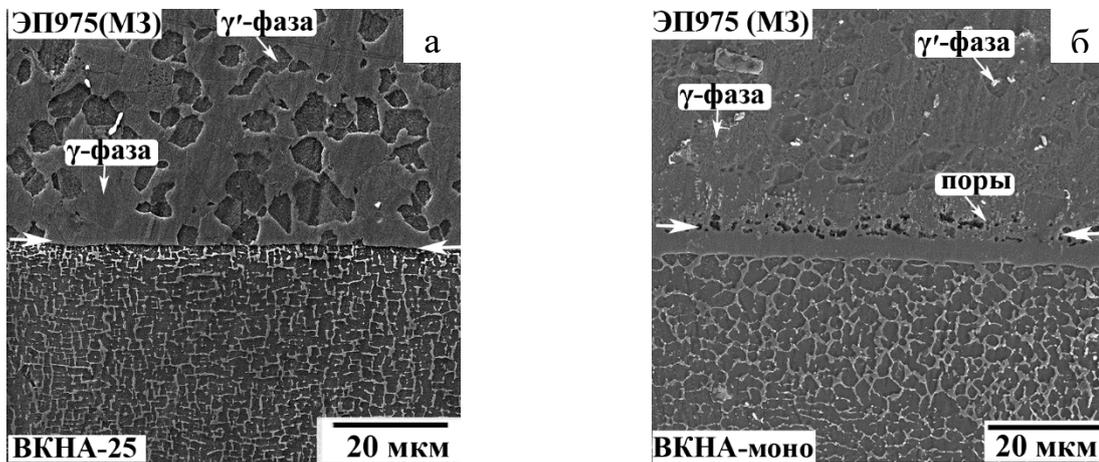


Рисунок 5.2 – Микроструктура зоны ТФС после СД при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$  образцов в соединениях: а – ЭП975//ВКНА-25; б – ЭП975//ВКНА-моно

Несмотря на общие закономерности, имеются некоторые отличия в микроструктурах зоны ТФС:

*Сварные образцы ЭП975//ВКНА-моно.* Обнаружено, что со стороны сплава ВКНА-моно в зоне ТФС наблюдается слой толщиной около  $\sim 7 \dots 10$  мкм, который, по данным ЭДА, представляет собой  $\gamma$ -твердый раствор. Химический состав этого слоя  $\gamma$ -твердого раствора является промежуточным между соединяемыми сплавами и содержит  $\sim 6 \dots 7\text{Al}$ ,  $0.6 \dots 2.5\text{Ti}$ ,  $8 \dots 9\text{Co}$ ,  $5 \dots 9\text{Cr}$ ,  $61 \dots 75\text{Ni}$ ,  $1.6 \dots 4\text{Mo}$ ,  $4 \dots 7\text{W}$  (Мас.%). По результатам ЭДА диффузионная зона, формируемая при СД составляет  $\sim 28 \pm 2$  мкм. В двухфазных дендритах сплава ВКНА-моно происходит дробление  $\gamma$ -прослоек на отдельные частицы, имеющие округлую форму, размером  $0.2 \dots 0.6$  мкм. Наблюдаются изолированные округлые поры диаметром не более  $0.2$  мкм, располагающиеся преимущественно на расстоянии  $0.5 \dots 4$  мкм от границы раздела соединяемых сплавов, которые, вероятно, образовались диффузионным путем (эффект Киркендалла). На расстояниях более  $10$  мкм от границы раздела вглубь сплава ВКНА-моно структурных изменений ВКНА-моно не наблюдается, то есть структура термически стабильна [160, 165, 178].

*Сварные образцы ЭП975//ВКНА-25.* В отличие от предыдущего случая, т.е. сочетания сплавов ЭП975//ВКНА-моно, со стороны сплава ВКНА-25 в зоне ТФС, нет видимого слоя  $\gamma$ -твердого раствора. В зоне ТФС, непосредственно прилегающей к границе раздела, обнаружено незначительное утолщение прослоек  $\gamma$ -фазы. Возможно, одной из причин таких отличий микроструктуры в зоне ТФС является различный химический состав сплавов типа ВКНА-моно и ВКНА-25. В сплаве ВКНА-25 содержание Re составляет  $\sim 1.6\%$ . Из литературы известно, что введение рения до  $3\%$  по массе, по крайней мере в литых сплавах на основе никеля [27, 28, 49], приводит к замедлению диффузионной подвижности атомов в  $\gamma/\gamma'$ -матрице эвтектического композита и растворяется в прослойках  $\gamma$ -фазы, стабилизируя ее. Этот факт позволяет предположить, что при СД благодаря более низкой диффузионной подвижности атомов микроструктура сплава ВКНА-25 более стабильна.

Исходя из вышесказанного, а также из обзора научно-технической литературы [45, 100], наиболее интересная и перспективная комбинация при получении ТФС из разноименных сплавов на основе никеля является сочетание

ВКНА-25//ЭП975. Поэтому дальнейшие исследования, посвященные изучению влияния исходной микроструктуры сплава ЭП975 и режимов СД на формирование качественного ТФС было проведено на примере комбинации деформируемого сплава ЭП975 и литого интерметаллидного ВКНА-25 с монокристаллической структурой.

## **5.2 Влияние исходной микроструктуры и температуры сварки давлением на формирование твердофазного соединения разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25**

Как было показано в разделе 3.4.2, сверхпластичность в сплаве ЭП975 в зависимости от исходной структуры проявляется в широком интервале температур. Поэтому СД проводилась не только при оптимальной температуре (1125 °С), но и при температурах на 50 °С выше (1175 °С) и ниже (1075 °С) указанной температуры проявления эффекта СП в сплаве ЭП975 с МЗ структурой. Для УМЗ состояния сплава ЭП975 исследовали твердофазную свариваемость в условиях высокотемпературной (1125 °С) и низкотемпературной (950 °С) СП (Рисунки 5.3-5.7) [181, 190].

### *5.2.1 Особенности влияния исходной микроструктуры сплава ЭП975 на формирование твердофазного соединения ЭП975//ВКНА-25*

Исследовано влияние исходной микроструктуры сплава ЭП975 на формирование ТФС. Проведены эксперименты по СД сплавов ЭП975//ВКНА-25:

- 1) Т=1125 °С, ЭП975 с МЗ и УМЗ структурой;
- 2) Т=950 °С, ЭП975 с УМЗ структурой.

Степень деформации сплава ЭП975 составила 30%. Остаточное давление в герметичном контейнере с образцами в процессе СД во всех случаях составляло  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па:

Анализ экспериментальных данных показал, что после СД при температуре 1125 °С со стороны сплава ВКНА-25 в зоне, непосредственно прилегающей к

границе раздела сплавов, происходит незначительное утолщение прослоек (Рисунок 5.3 а, б). В том случае, когда перед СД использовался сплав ЭП975 с МЗ структурой глубина таких изменений достигала  $\sim 4$  мкм, а во втором, когда сплав ЭП975 имел УМЗ структуру, глубина такой области составила  $\sim 2$  мкм.

В процессе СД при  $T=1125$  °С, в результате воздействия высокой температуры, в сплаве ЭП975 с исходной УМЗ структурой произошло существенное укрупнение структурных составляющих сплава с УМЗ до МЗ состояния: размер  $\gamma$ -зерен увеличился с  $0,8\pm 0,2$  до  $\sim 6 \pm 0,8$  мкм (Рисунок 5.3 б). Таким образом, фактически, при температуре  $1125$  °С УМЗ структура преобразуется в МЗ структуру дулексного типа, и условия СД становятся идентичными.

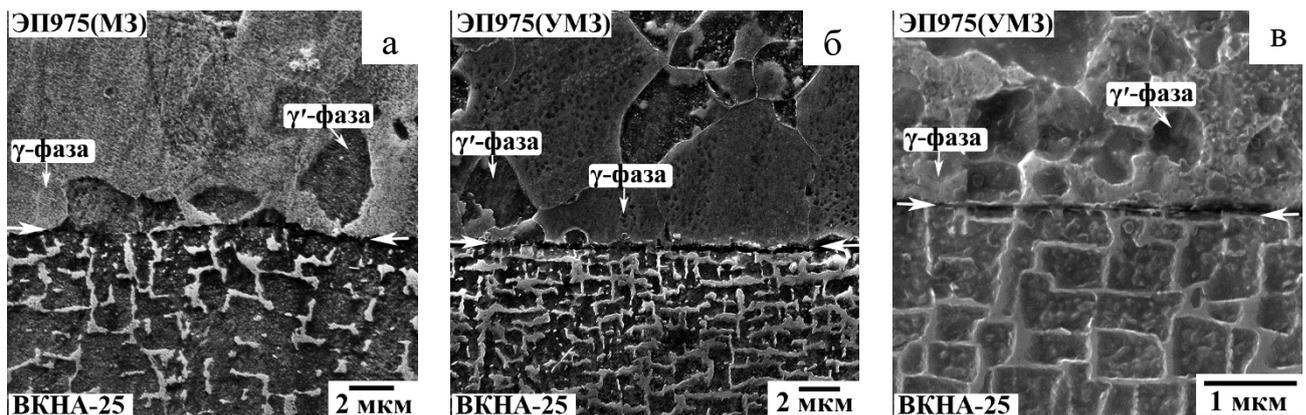


Рисунок 5.3 – Микроструктура зоны ТФС после СД ( $\epsilon_{\text{ЭП975}}=30\%$ ) образцов в соединении ВКНА-25//ЭП975 при различных температурах:

а, б –  $1125$  °С; в –  $950$  °С

Ширина диффузионной зоны была определена по данным ЭДА и представлена в виде гистограммы на рисунке 5.4. В обоих случаях для МЗ и УМЗ состояний, после сварки при  $T=1125$  °С ширина диффузионной зоны соизмерима. Хотя имеется тенденция к ее расширению вследствие того, что температура  $1125$  °С является высокой, диффузионная активность возрастает, а наличие большего количества границ зерен в УМЗ материале ускоряет процесс массопереноса, то есть ускоряет диффузию. В зоне ТФС на границе раздела

обнаружены поры шириной  $\sim$  до 200 нм и длиной  $\sim$  1 мкм, а также плоские несплошности длиной  $\sim$  1 мкм. Прочность соединения в указанных сварных образцах соизмерима и составляет 0,6...0,7 от прочности сплава ВКНА-25 (см. раздел 6.2).

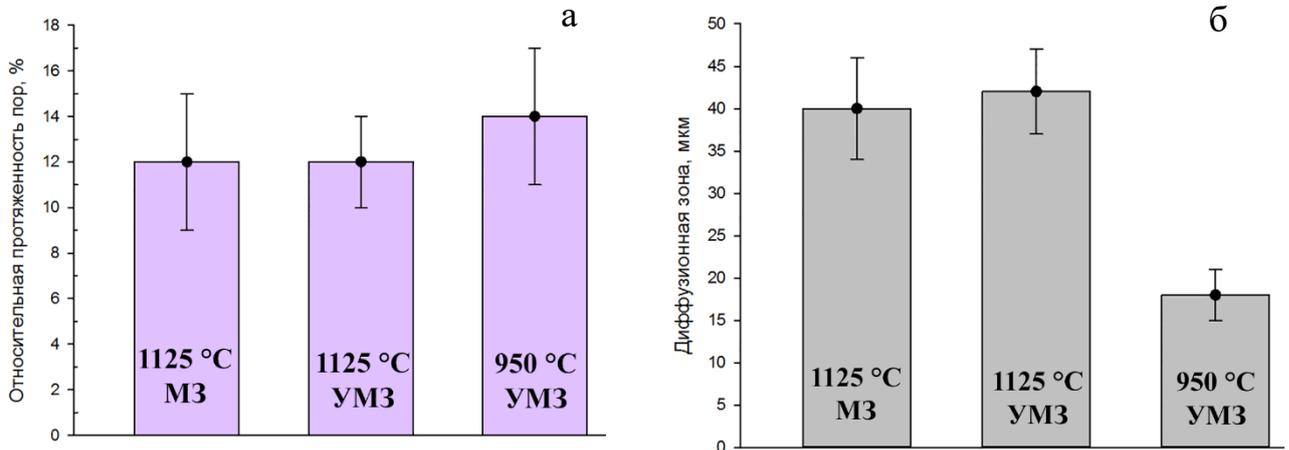


Рисунок 5.4 – Влияние исходной микроструктуры сплав а ЭП975 на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной зоны (б) в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после СД ( $\epsilon_{ЭП975} = 30\%$ )

УМЗ структура в сплаве ЭП975 позволяет снизить температуру проявления СП (глава 3) на 175 °C от оптимальной температуры СП для сплава ЭП975 с МЗ и обеспечить формирование ТФС в условиях низкотемпературной СП при температуре 950 °C.

Впервые показано, что применение сплава ЭП975 с УМЗ структурой смешанного типа позволяет успешно получить ТФС в сочетании разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 в условиях низкотемпературной (950 °C) СП. После СД при  $T=950$  °C в соединяемых сплавах изменений не обнаружено: структура в сплаве ЭП975 сохраняется УМЗ, а в сплаве ВКНА-25 монокристаллической. При этом утолщения прослоек  $\gamma$ -фазы и уменьшения объемной доли  $\gamma'$ -фазы в зоне ТФС со стороны сплава ВКНА-25 не выявлено. В зоне ТФС имеются несплошности, вытянутые вдоль границы раздела, длиной до  $\sim$ 1 мкм, объемная доля которых не более 12% (Рисунок 5.4 а). Указанная температура является низкой и для

диффузионных процессов. По данным ЭДА, выявленная диффузионная зона после СД при температуре 950 °С составляет  $\sim 18 \pm 3$  мкм, что в 2 раза меньше чем при температуре 1125 °С. Прочность такого соединения составляет 0,6 от прочности сплава ВКНА-25 (см. главу 6).

Следует отметить, что в процессе СД при низкой температуре 950 °С для получения ТФС требуются усилия значительно бóльшие (в  $\sim 3$  раза), чем при 1125 °С. При СД по схеме одноосного сжатия усилия деформирования возрастают также вследствие контактного трения между торцевыми поверхностями деформируемой заготовки и бойками. Усилия в процессе СД при 950 °С достигали 22,3 кН. Но даже такие усилия не приводят к микроструктурным изменениям соединяемых сплавов, в частности монокристаллическая структура сохраняется, что подтверждается данными EBSD анализа (Рисунок 5.5.). Тем не менее, эти результаты представляют интерес с научной точки зрения, поскольку открывают новые перспективы и показывают потенциал использования низкотемпературной СП в технологических процессах, в том числе при СД.

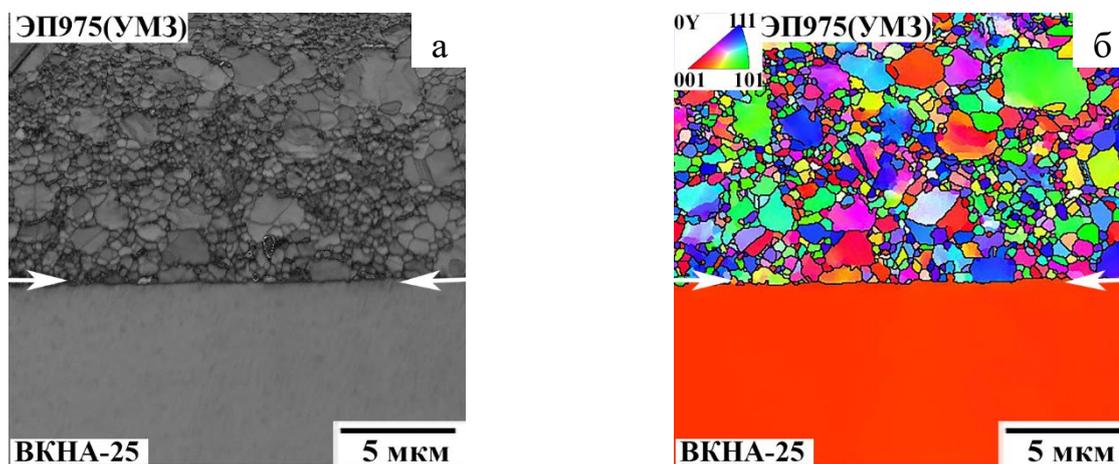


Рисунок 5.5 –EBSD анализ сварных образцов ВКНА-25//ЭП975  
( $T=950$  °С, вакуум =  $5 \cdot 10^{-1}$  Па,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}=30\%$ ):

а – карта контрастов, б – EBSD карты ориентировок кристаллов

### 5.2.2 Влияние температуры сварки на структуру и фазовый состав твердофазных соединений из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25

Перед СД сплав ЭП975 имел МЗ структуру, его степень деформации при всех температурах составила  $\varepsilon \approx 24\%$ . Сварка давлением была проведена по усовершенствованной методике, что обеспечило остаточное давление в контейнере с образцами во всех случаях  $P = 5 \cdot 10^{-2}$  Па. Усилия, необходимые для СД, с увеличением температуры с 1075 до 1175 °С уменьшились в  $\sim 2$  раза: с 8 до 4 кН.

На рисунке 5.6 представлены микроструктуры локальных участков ТФС, а и на рисунке 5.7 микроструктуры основных сплавов ЭП975 и ВКНА-25 сварных образцов в комбинации сплавов ЭП975//ВКНА-25, полученные при СД по усовершенствованной методике при температурах 1075 °С, 1125 °С и 1175 °С.

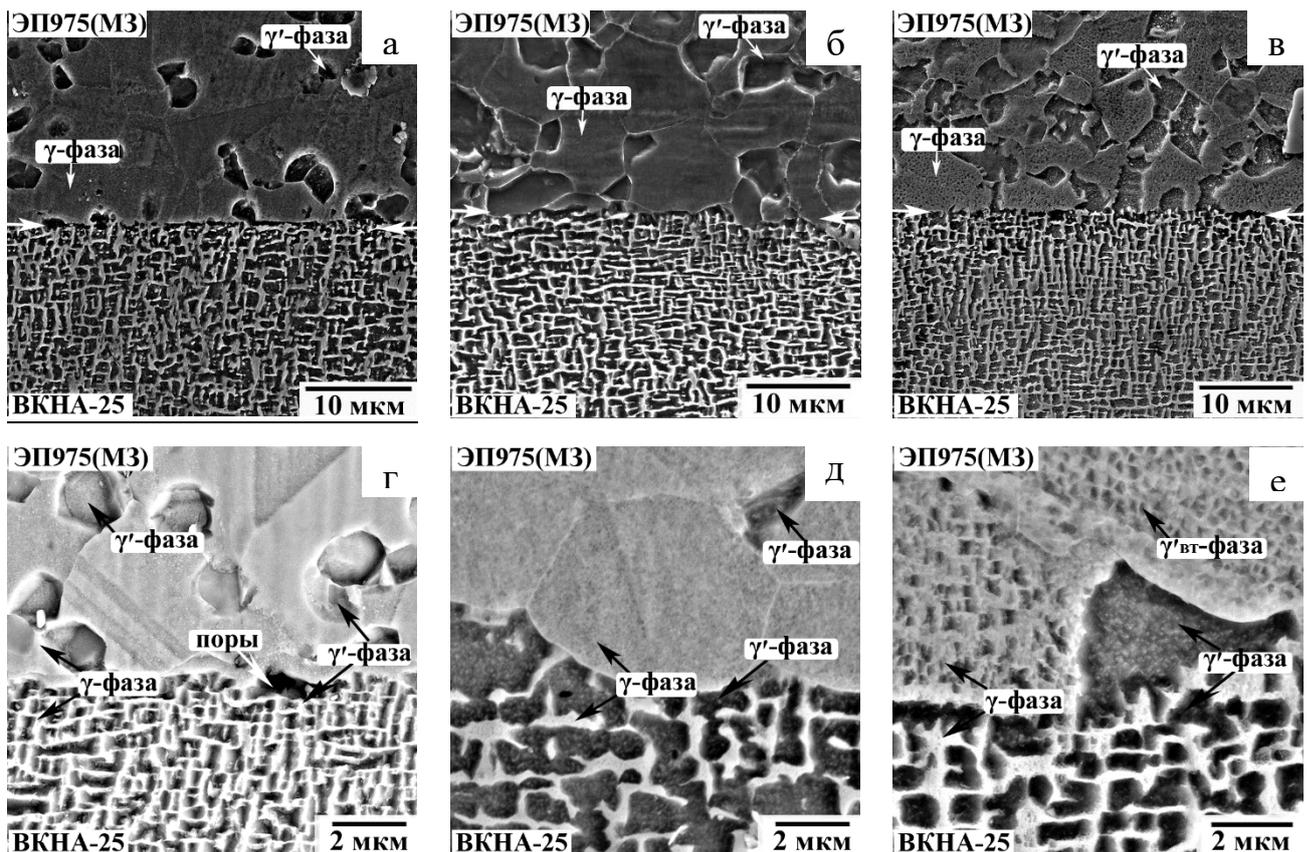


Рисунок 5.6 – Микроструктура зоны ТФС после СД образцов ВКНА-25//ЭП975 ( $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$ ) при различных температурах (а-в – режим SE; г-е – режим BSE):

а, г – 1075 °С; б, д - 1125 °С; в, е – 1175 °С

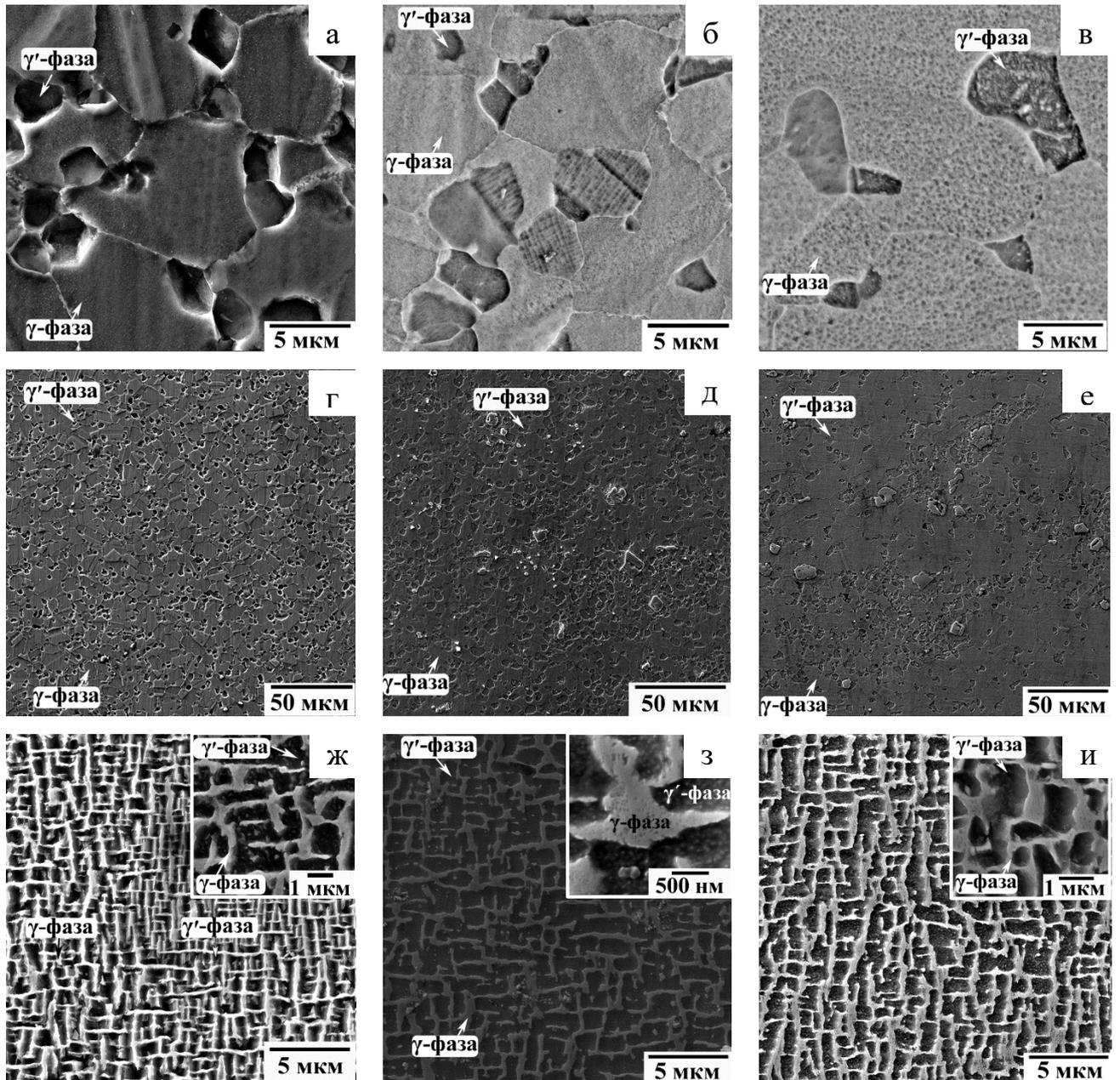


Рисунок 5.7 – Микроструктура сплавов ЭП975(а-е) и ВКНА-25 (ж-и) вне зоны ТФС после СД ( $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$ ): а,г,ж – 1075 °С; б,д,з – 1125 °С; в,е,и – 1175 °С

Температура 1075 °С. Микроструктурный анализ (Рисунок 5.6 а, г и 5.7 а, г, ж) показал, что в сплаве ЭП975 структура стабильна, сохраняется МЗ, размер  $\gamma$ -фазы, в которой выделяются наноразмерные дисперсные частицы  $\gamma'$ -фазы, составил  $\sim 8$  мкм. В зоне ТФС около границы раздела со стороны сплава ВКНА-25 утолщения прослоек  $\gamma$ -фазы не наблюдается, структура стабильна. В зоне ТФС имеются отдельные округлые поры диаметром  $\sim 1$  мкм и несплошности размером

до 4...5 мкм в длину и 0,6 мкм в ширину. Относительная протяженность пор составила  $15\pm 3\%$ . Ширина диффузионной зоны составила  $24\pm 3$  мкм (Рисунок 5.8).

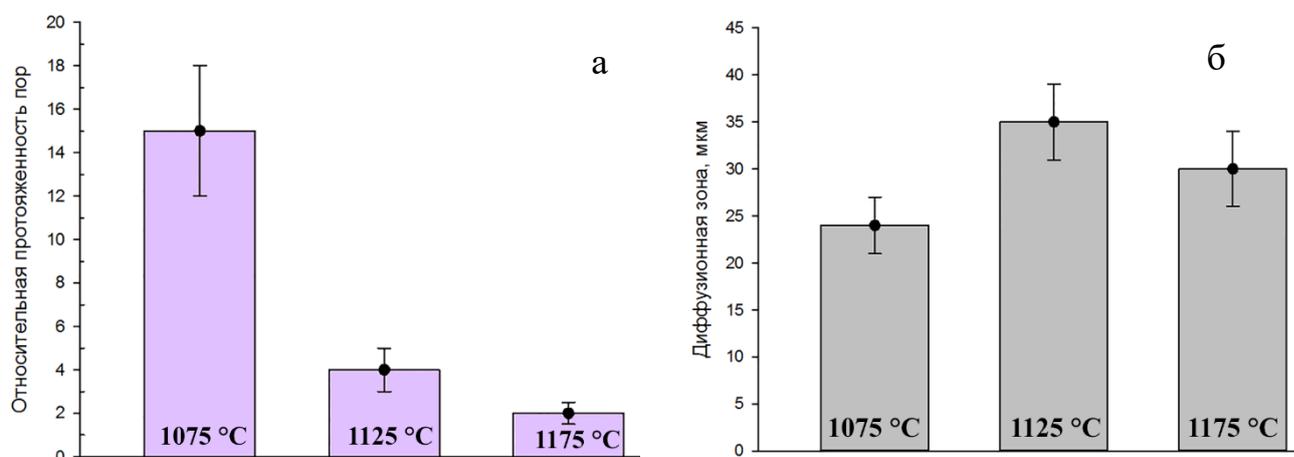


Рисунок 5.8 – Влияние температуры на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной зоны (б) в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после СД ( $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$ )

*Температура 1125 °C.* Повышение температуры СД на 50 °C не привело к существенным изменениям микроструктуры в зоне ТФС и в структуре соединяемых сплавов (Рисунок 5.6 б, д и 5.7 б, д, з). Выявлено, что в славе ЭП975 сохраняется МЗ структура, в теле зерен  $\gamma$ -фазы при охлаждении с температуры сварки дополнительно выделяются наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы. В зоне ТФС около границы раздела со стороны сплава ВКНА-25 обнаружено утолщение прослоек  $\gamma$ -фазы до 0,6 мкм [166]. Граница раздела на плоскости шлифа представляет собой линию, вид которой зависит от того какая  $\gamma$ - или  $\gamma'$ -фаза сплава ЭП975 приходит во взаимодействие со сплавом ВКНА-25: в тех местах, где контактирование происходит с  $\gamma$ -фазой, линия прямая, а в тех местах, где осуществляется соприкосновение с  $\gamma'$ -фазой, происходит локальное искривление, вследствие того, что  $\gamma'$ -фаза твердая и менее пластичная. Повышение температуры деформации до 1125 °C приводит к расширению диффузионной зоны до  $\sim 35\pm 4$  мкм, а относительная протяженность пор составляет  $4\pm 1\%$  (Рисунок 5.8) [180].

*Температура 1175 °С.* Дальнейшее повышение температуры СД до 1175 °С вызвало изменения структуры сплава ЭП975 (Рисунок 5.6 в, е и 5.7 в, е, и) за счет неравномерного растворения  $\gamma'$ -фазы, объемная доля которой в микродуплексной структуре уменьшилась до 10-15%. Температура 1175 °С высокая и близка к температуре полного растворения  $\gamma'$ -фазы в сплаве ЭП975 ( $T_{пр}=1195$  °С), поэтому более мелкие частицы начинают растворяться, а зерна  $\gamma$ -фазы начинают увеличиваться. В структуре наблюдаются области с размером  $\sim 10$  мкм и области с  $\sim 25...30$  мкм (Рисунок 5.4 в). Несмотря на это, как будет показано в главе 6, такая разнотернистость полностью устраняется в результате окончательной термической обработки. Заметного влияния на ширину диффузионной зоны повышение температуры не оказывает (Рисунок 5.8), возможно, из-за уменьшения вклада зернограницной диффузии. Относительная протяженность пор не превысила  $2,0\pm 0,5\%$ . Ширина диффузионной зоны составила  $30\pm 4$  мкм [179].

Во всем интервале изученных температур принципиальных различий в строении монокристалла ВКНА-25 не произошло (Рисунок 5.4). Морфология  $\gamma'$ -фазы и  $\gamma$ -прослоек в  $\gamma'+\gamma$  дендритах практически не изменилась. Деформацию сплав ВКНА-25 при СД практически не испытывает, она не превышает 1%.

Таким образом, сравнительный анализ сварных образцов, после СД при различных температурах 1075 °С, 1125 °С и 1175 °С, показал, что микроструктуры обоих сплавов стабильны до 1075 и 1125 °С. Повышение температуры до 1175 °С приводит к появлению в сплаве ЭП975 участков с размерами зерен  $\gamma$ -фазы отличающимся более чем в 2 раза (Рисунок 5.6 и 5.7) из-за неравномерного частичного растворения некогерентной  $\gamma'$ -фазы. Повышение температуры с 1075 до 1125 °С способствует расширению диффузионной зоны с  $24\pm 3$  мкм до  $35\pm 4$  мкм и снижению относительной протяженности пор с  $15\pm 3\%$  до  $4\pm 1\%$ . Дальнейшее повышение температуры до 1175 °С влияния на ширину диффузионной зоны не оказывает ее ширина составляет  $30\pm 4$  мкм, но обеспечивает формирование ТФС практически без пор  $2,0\pm 0,5\%$  (Рисунок 5.8).

Итак, по результатам исследований влияния исходной микроструктуры сплава ЭП975 и температуры СД было установлено, что имеются общие закономерности формирования ТФС из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25:

✓ При СД пластическая деформация фактически была локализована в деформируемом сверхпластичном сплаве ЭП975. В зернах  $\gamma$ -твердого раствора при охлаждении с температуры сварки выделяются дисперсные частицы упрочняющей  $\gamma'$ -фазы. Сплав ВКНА-25 практически не подвергается деформированию, степень деформации соединяемого сплава ВКНА-25 не превышала 1%, что важно для сохранения исходной монокристаллической структуры литого интерметаллидного сплава ВКНА-25 и, соответственно, обеспечения максимальных жаропрочных характеристик.

✓ Между сплавами видна четкая граница раздела сплавов, вид которой зависит от того, какая фаза  $\gamma$  или  $\gamma'$  приходит во взаимодействие в зоне контакта с интерметаллидным сплавом, а также от режимов СД.

✓ В процессе СД происходит взаимная гетеродиффузия легирующих элементов, что свидетельствует о развитии стадии объемного взаимодействия, приводящего к образованию диффузионной зоны, ширина которой зависит от режимов СД.

Таким образом, по результатам исследований влияния температуры и исходной микроструктуры на твердофазную свариваемость установлено, что с технологической точки зрения предпочтительной температурой СД является  $T=1125$  °С. При этом целесообразно использовать сплав ЭП975 с МЗ структурой дуплексного типа.

### **5.3 Влияние степени деформации на формирование твердофазного соединения разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25**

На рисунке 5.9 представлены микроструктуры зон ТФС сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25 после СД (остаточное давление в контейнерах с образцами составило  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па) при  $T=1125$  °С с различными степенями деформации

сплава ЭП975:  $\varepsilon=24\%$ , 30% и 40%. Продолжительность процесса СД зависела от степени деформации и составила 43...72 мин.

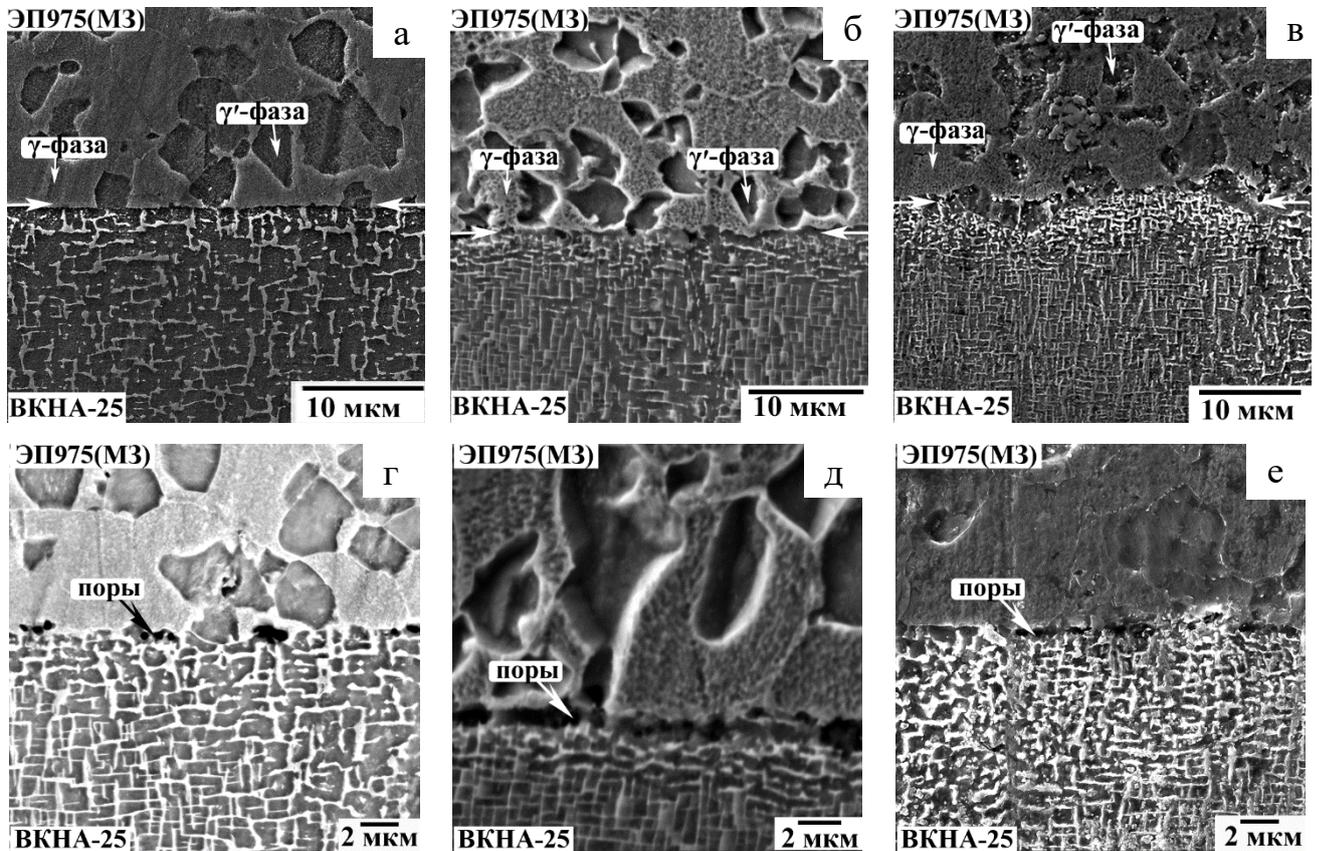


Рисунок 5.9 – Микроструктура зоны ТФС после СД образцов ВКНА-25//ЭП975 при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Вакуум  $P=5\cdot 10^{-1}$  Па) и различных степенях деформации сплава ЭП975:

а, г – 24% б, д – 30%; в, е – 40%

Анализ микроструктуры сварных образцов показал, что во всем изученном интервале степеней деформации между свариваемыми сплавами выявляется четкая граница раздела. На этой границе раздела при СД обнаружены хаотично расположенные поры разной морфологии: 1) изолированные округлые диаметром до 200 нм; 2) вытянутые вдоль границы раздела, имеющие длину 0,6...1,3 мкм и толщину до 250 нм. В основном наблюдаются участки свободные от пор. Суммарная протяженность пор вдоль границы не превышает 8...15%. Увеличение степени деформации до 40% приводит к формированию участков ТФС с извилистой границей (Рисунок 5.9 в). В сварных образцах с деформацией

$\varepsilon_{\text{ЭП975}}=40\%$ , доля пор не превышает 2...3% [161, 166]. Выявлены оксидные частицы, возникшие, вероятно, при разрушении оксидной пленки, имеющейся на поверхности соединяемых материалов, в процессе СД. Точный состав оксидных частиц методом ЭДА определить нельзя из-за погрешности метода. Сверхпластическая деформация позволяет не только разрушать оксидные пленки, но также приводит к снижению пористости, вероятно, за счет ЗГП происходит деформационное схлопывание пор, как это было показано в работе [140], в результате чего площадь контактной зоны увеличивается и создаются новые связи «металл-металл». В процессе СД при 1125 °С в изученном интервале степеней деформации изменений в размере некогерентных выделений  $\gamma'$ -фазы и зерен  $\gamma$ -фазы, т.е. параметров МЗ структуры сплава ЭП975 не наблюдается. Сохраняется равноосная форма зерен  $\gamma$ -фазы, что является одним из признаков, свидетельствующих о развитии сверхпластической деформации в МЗ сплаве ЭП975 [6, 7].

Обнаружено, что с повышением степени деформации наблюдается увеличение ширины диффузионной зоны: при  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}=24\%$ , 30% и 40% ширина диффузионной зоны составила  $35\pm 5$  мкм,  $41\pm 6$  мкм и  $55\pm 6$  мкм соответственно (Рисунок 5.10). Такие изменения, по-видимому, обусловлены тем, что с повышением степени деформации увеличивается время термодиффузионного воздействия, а значит наиболее полно проходит стадия объемного взаимодействия – взаимная гетеродиффузия.

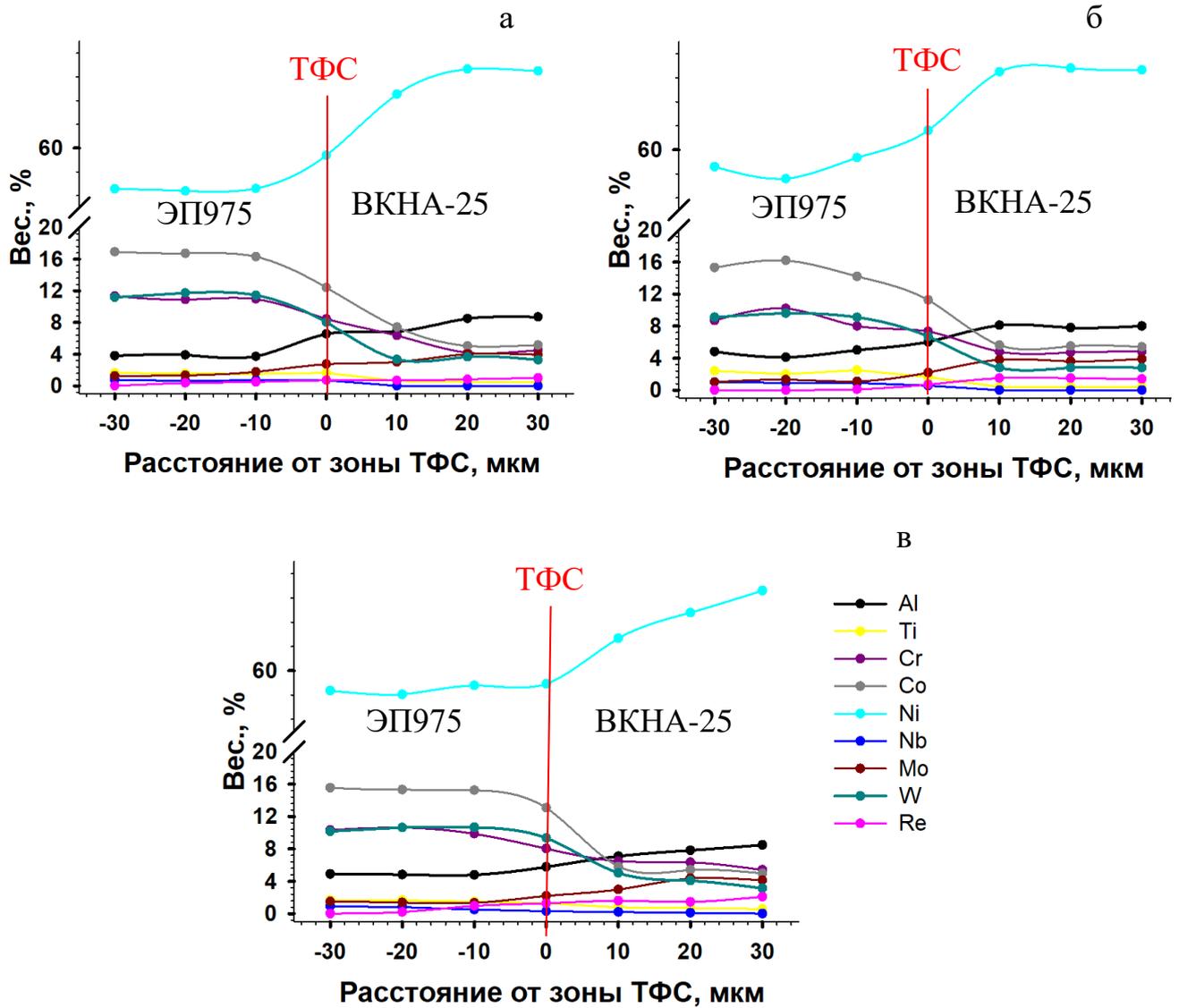


Рисунок 5.10 – Распределение элементов в зоне ТФС сварных образцов ЭП975//ВКНА-25 после СД при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Вакуум  $P=5\cdot 10^{-1}\text{ Па}$ ) и различных степенях деформации сплава ЭП975: а – 24%, б – 30%, в – 40%

Во всех случаях в структуре сплава ВКНА-25 обнаруживается область с утолщенными (до 700 нм)  $\gamma$ -прослойками, глубиной до 4...7 мкм от границы раздела. В указанной области наблюдается слияние прослоек и их ориентированный рост в направлении, которое перпендикулярно приложенному напряжению. При этом в дендритах происходит уменьшение размера участков  $\gamma'$ -фазы (180-900 нм). Следует отметить, что описанная структурная область, не имеет

четкой границы с основным материалом. С увеличением степени деформации такая структура становится более ярко выраженной. В этой области объемная доля  $\gamma'$ -фазы уменьшается по сравнению с ее содержанием в осях эвтектических  $\gamma'+\gamma$  дендритов с  $\sim 85\%$  до  $\sim 68\%$ . Это происходит за счет уменьшения содержания Al (в  $\sim 1,4$  раза) как основного образующего элемента  $\gamma'$ -фазы вследствие его диффузии в никелевый сплав (Рисунок 5.10).

Важно отметить, что несмотря на высокую степень деформации в сплаве ЭП975 ( $\epsilon_{\text{ЭП975}}=40\%$ ) и локализацию незначительной деформации ( $\epsilon_{\text{ВКНА-25}}=1\%$ ) в сплаве ВКНА-25, структура сплава ЭП975 сохраняется мелкозернистой, а сплава ВКНА-25 монокристаллической даже в области непосредственно примыкающей к границе раздела сплавов, что подтверждается результатами EBSD анализа (Рисунки 5.11 и 5.12). На EBSD карте видно, что ориентация монокристалла соответствует направлению  $[001]$ , лежащему в плоскости шлифа и ориентированному вертикально, никаких изменений в ориентации не произошло.

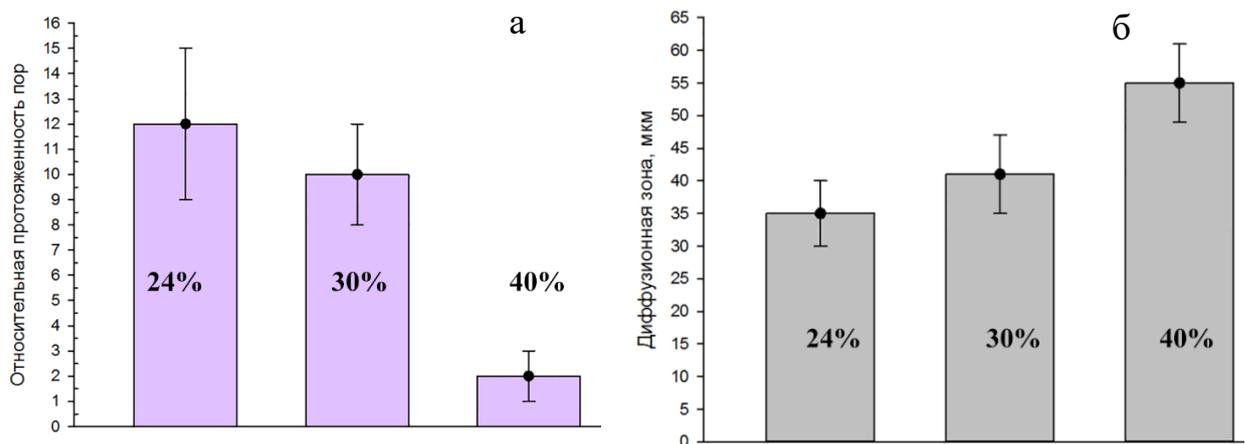


Рисунок 5.11 – Влияние степени деформации на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной зоны (б) в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после СД при температуре 1125 °С (вакуум  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па)

Во всех случаях после СД в сплаве ЭП975 при охлаждении с температуры сварки внутри  $\gamma$ -зерен выделяются частицы  $\gamma'$ -фазы округлой и кубоидной формы размером  $\sim 200$  нм, как, например, на рисунке 5.12, приведённом для степени деформации 40%. Структура обоих сплавов стабильна. При этом видно, что в сплаве ВКНА-25 даже в зоне ТФС образования новых рекристаллизованных зерен не наблюдается, то есть, рекристаллизации и изменений в ориентации монокристалла не происходит. Структура сохраняется монокристаллической, что подтверждается данными EBSD анализа (Рисунок 5.12). Вдали от зоны ТФС в основном материале ЭП975 и ВКНА-25 микроструктурных изменений не наблюдается (Рисунок 5.13).

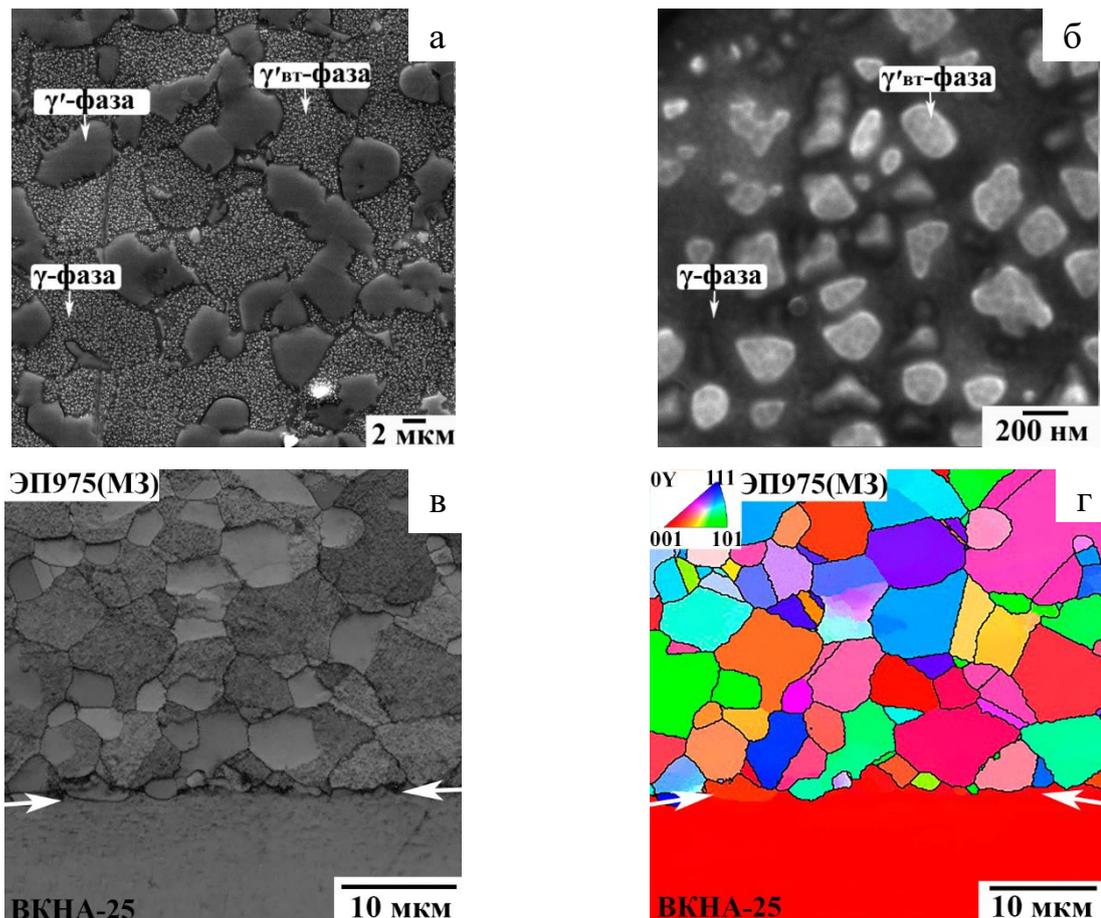


Рисунок 5.12 – Микроструктура сварного образца ЭП975//ВКНА-25 после СД при  $T=1125$  °С,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}=40\%$ : а, б – ЭП975; в – карта контрастов в зоне ТФС, г – EBSD карты ориентировок кристаллов в зоне ТФС

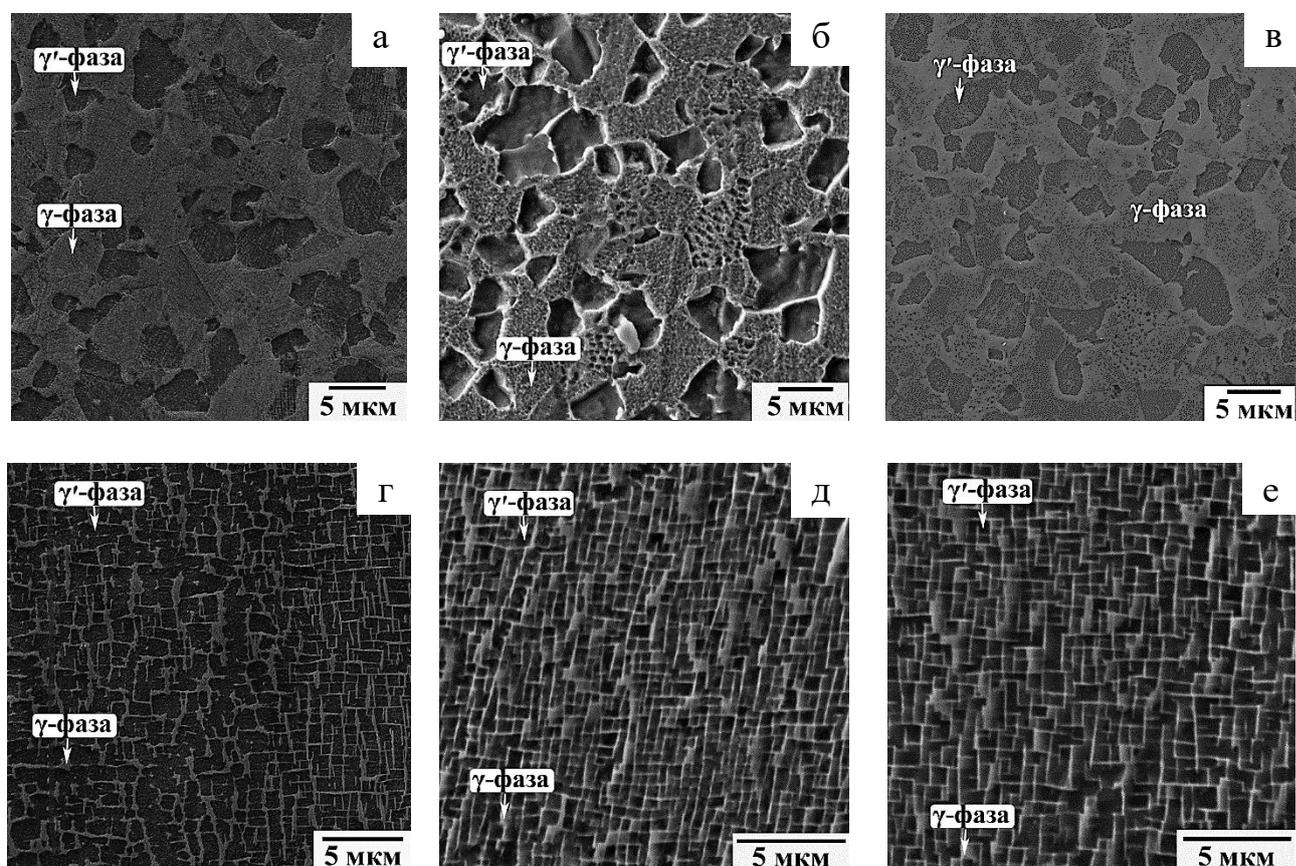


Рисунок 5.13 – Микроструктура сплавов ЭП975(а-в) и ВКНА-25 (г-е) в сварных образцах, полученных СД при 1125 °С (Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па), съемка в режиме SE: а,г – 24%; б, д – 30%; в, е – 40%

При выполнении экспериментов благодаря техническим приемам, направленным на усовершенствование методики СД, описанным в методической части в главе 2 (раздел 2.3.3), был достигнут вакуум с остаточным давлением  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па что на порядок глубже, чем в вышеописанных экспериментах. Кроме этого, исключался перегрев заготовок в процессе приварки крышки контейнера с образцами и возникновение внутри контейнера горячей окислительной среды, и, как следствие, возможное окисление соединяемых поверхностей [180]. Для оценки влияния улучшенных условий СД проведена еще одна серия экспериментов для

исследования влияния степени деформации на получение качественного ТФС. Результаты структурных исследований приведены на рисунках 5.14 ... 5.16.

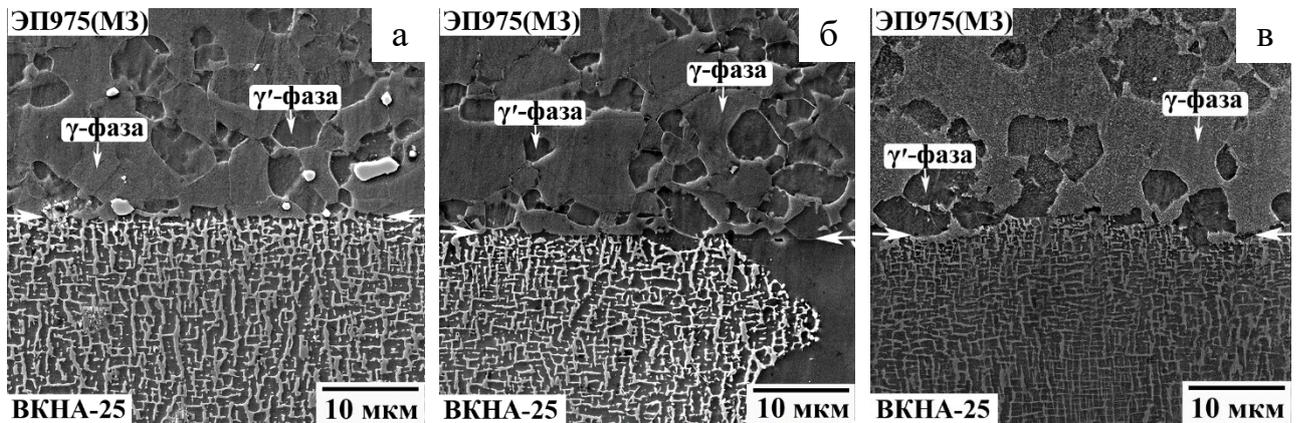


Рисунок 5.14 – Микроструктура зоны ТФС после СД образцов ВКНА-25//ЭП975 при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (Вакуум  $5 \cdot 10^{-2}$  Па) при различных степенях деформации сплава ЭП975: а - 24% б -30%; в - 40%

Во всех случаях микроструктура в сплаве ЭП975 сохраняется МЗ, в теле зерен  $\gamma$ -фазы при охлаждении с температуры сварки выделены наноразмерные кубоидной формы частицы  $\gamma'$ -фазы. Структурных изменений в сплаве ВКНА-25 не выявлено (Рисунок 5.16). сохраняется монокристаллической (Рисунок 5.15).

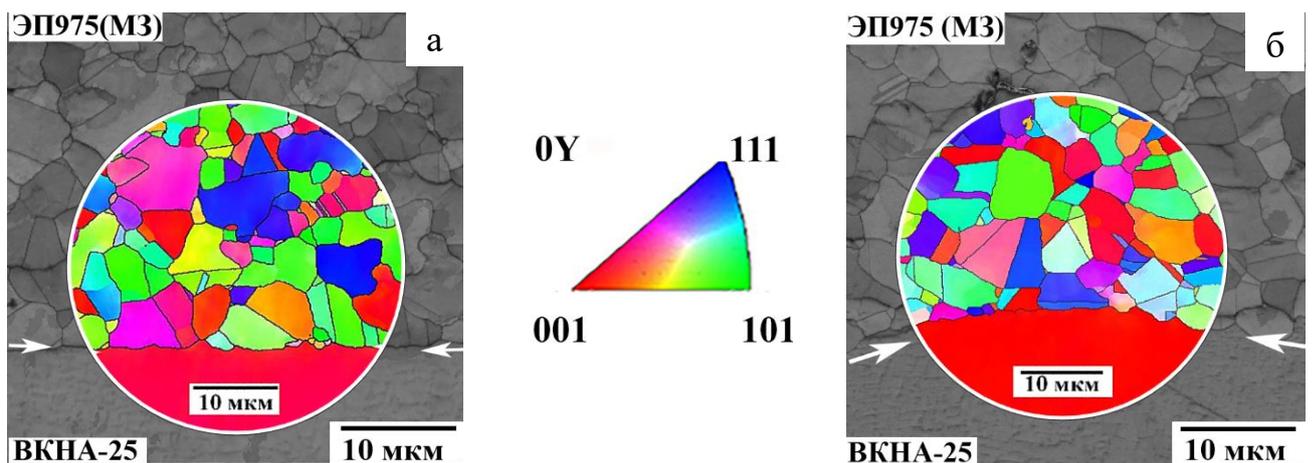


Рисунок 5.15 – Карты контрастов, совмещенные с EBSD картами ориентировок кристаллов, сварных образцов ВКНА-25//ЭП975. СД при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (Вакуум  $5 \cdot 10^{-2}$  Па) и деформации  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}$ : а – 24%; б – 40%

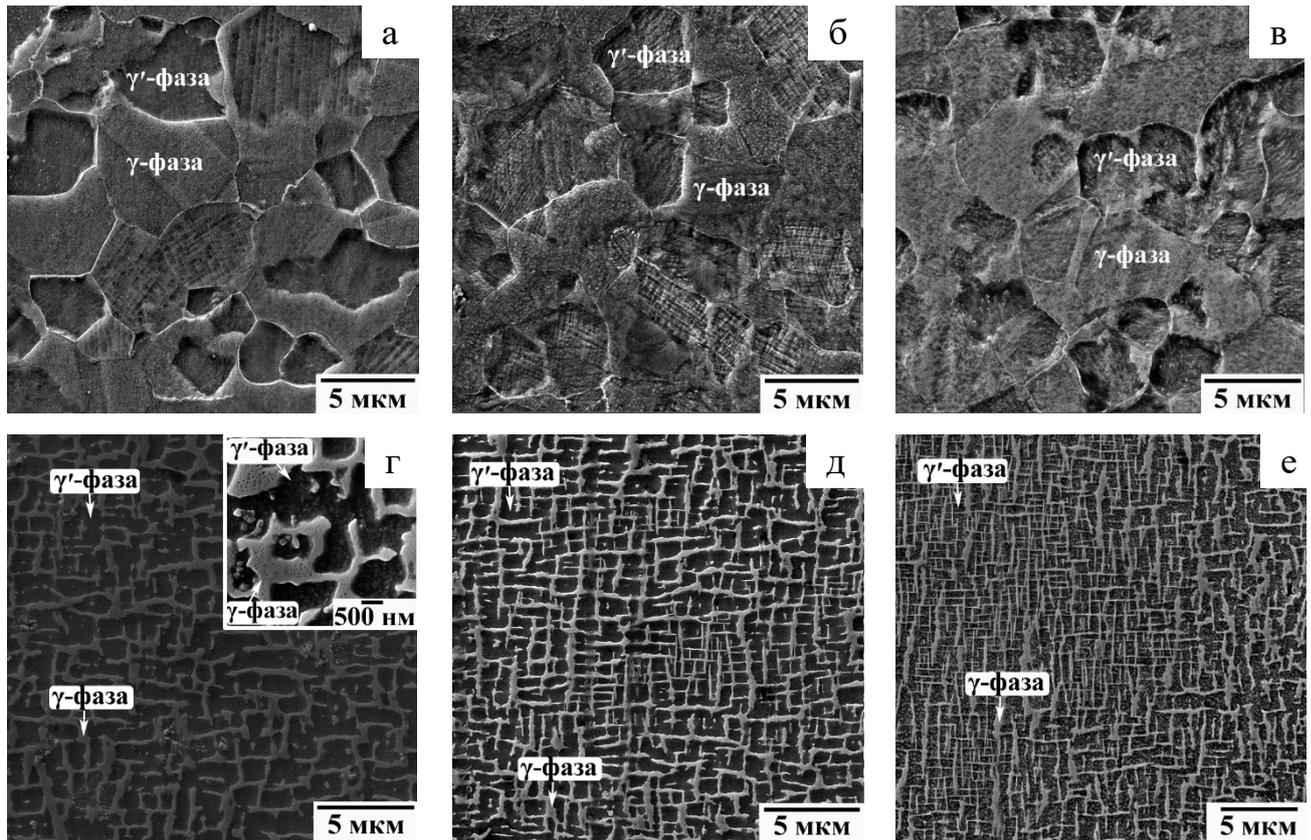


Рисунок 5.16 – Микроструктура сплавов ЭП975(а-в) и ВКНА-25 (г-е) в сварных образцах, полученных СД при 1125 °С (Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па), и различных степенях деформации, съемка в режиме SE: а,г –24%; б, д –30%; в, е –40%

Повышение степени деформации с 24 до 40% в сплаве ЭП975 при СД способствует локализации деформации в зоне ТФС и, как следствие, формированию участков с извилистой границей раздела. Независимо от глубины вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па (Рисунок 5.11) и вакуума  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па (Рисунок 5.17), ширина диффузионной зоны ТФС при СД была соизмерима во всех экспериментах. Ширина диффузионной зоны увеличивается с  $30 \pm 5$  мкм до  $51 \pm 5$  мкм. Улучшенная методика СД оказывает существенное влияние на относительную протяжённость пор: формируется практически беспористое соединение, доля пор не превышает 5%. С повышением степени деформации доля пор снижается до 1%.

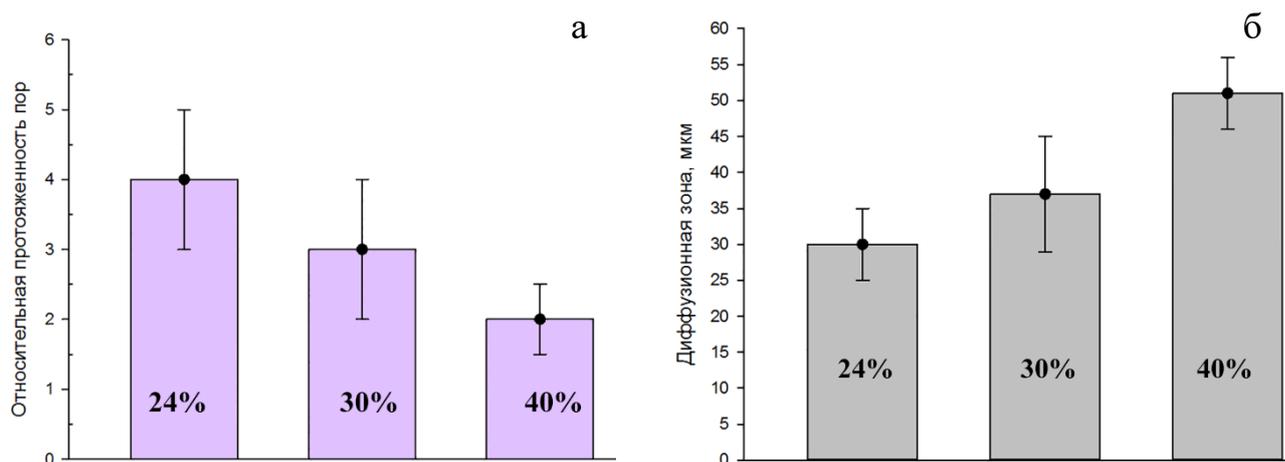


Рисунок 5.17 – Влияние степени деформации на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной (б) зоны в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после СД при температуре 1125 °С (Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па)

Как показали новые эксперименты основные закономерности формирования ТФС не зависят от глубины вакуума: деформация локализуется в сплаве ЭП975, а в сплаве ВКНА-25 не превышает 1%; со стороны сплава ЭП975 структура сохраняется МЗ, в теле зерен  $\gamma$ -фазы наблюдаются дисперсные частицы  $\gamma'$ -фазы, которые выделяются практически мгновенно при охлаждении с температуры сварки; вдали от зоны ТФС независимо от степени деформации структура обоих сплавов стабильна [180]. При СД разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25 образуется диффузионная зона, в которой развиваются процессы гетеродиффузии легирующих элементов, приводящие к монотонному изменению химического состава при переходе от одного соединяемого сплава к другому. Единая система легирования соединяемых сплавов исключает возможность образования в зоне ТФС хрупких частиц.

Таким образом, следует отметить, что улучшение глубины вакуума до  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па обеспечивает высокое качество ТФС при всех изученных степенях деформации сплава ЭП975. Получены ТФС, в которых пор и оксидных частиц практически не наблюдается (Рисунок 5.14 и 5.15). При этом обнаружено снижение влияния степени деформации на прочность. Так, например, по результатам механических испытаний было установлено (таблица 6.2, глава 6), что степень

деформации для сплава ЭП975  $\epsilon=30\%$  является достаточной, а дальнейшее ее повышение не приводит к дополнительному повышению прочности соединения. Вероятно, выявленная особенность связана с тем, что в условиях более глубокого вакуума раньше достигается полный физический контакт и активация поверхности для схватывания, более полно проходит стадия объемного взаимодействия.

#### 5.4. Выводы по главе 5

1. При СД разноименных сплавов на основе никеля в сочетаниях ЭП975//ВКНА-моно и ЭП975//ВКНА-25, независимо от температуры и степени деформации, практически вся пластическая деформация локализуется в деформируемом поликристаллическом сплаве ЭП975, имеющем МЗ и УМЗ структуру, причем деформация распределяется относительно равномерно по всему объему сплава. Со стороны сплавов типа ВКНА в зоне, непосредственно примыкающей к границе раздела, могут возникать незначительные микроструктурные изменения глубиной до 10 мкм, которые зависят от условий СД и химического состава сплава типа ВКНА. При этом сплавы типа ВКНА практически не деформируются, а структура сохраняется монокристаллическая.
2. На примере сплава ЭП975 показано, что ТФС между сплавами ЭП975//ВКНА-25 может быть получено в широком температурно-скоростном интервале СП (950...1175 °С). Повышение температуры СД до 1125 °С приводит к трансформации УМЗ структуры в МЗ. Увеличение температуры СД с 950 до 1175 °С приводит к формированию ТФС практически без пор, а также расширению диффузионной зоны с 18 мкм до 30...35 мкм.
3. Проанализировано влияние степени деформации сплава ЭП975 ( $\epsilon=24\%$ , 30% и 40%) при СД ( $T=1125$  °С) на качество ТФС из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 при СД. Показано, что при исследованных режимах СД в сплаве ЭП975 сохраняется МЗ структура, а в сплаве ВКНА-25 – монокристаллическая. Увеличение степени деформации обеспечивает формирование ТФС практически без пор, а также приводит к расширению диффузионной зоны с 35 мкм до 55 мкм.

## **ГЛАВА 6 ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СВАРНЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ РАЗНОИМЕННЫХ СПЛАВОВ ЭП975//ВКНА-25**

В предыдущей главе 5 было отмечено, что соединяемые сплавы ЭП975 и ВКНА-25 имеют единую систему легирования, что позволяет получать качественные ТФС не только благодаря деформации, но и формированию диффузионной зоны вследствие протекания процесса гетеродиффузии легирующих элементов из одного соединяемого сплава в другой. Известно, [1-4, 12, 16-19, 26-27], что сплавы на основе никеля являются жаропрочными и работают при повышенных температурах. В данной работе СД проводилась в режиме СП сплава ЭП975 с МЗ и УМЗ структурой, а ЖНС в таком состоянии не обладают необходимыми жаропрочными характеристиками, и для их восстановления необходимо создать КЗ структуру [1, 5-7]. Как правило, проведение стандартной ТО на твердый раствор и последующее старение позволит обеспечить жаропрочные свойства материала за счет формирования КЗ структуры с внутризеренными когерентными выделениями упрочняющей фазы [1-3, 5-7, 16].

В данной главе 6 представлены результаты исследований влияния ТО на изменения микроструктуры, фазового состава и свойства сварных образцов в комбинации сплавов ЭП975//ВКНА-25, полученных СД в вакууме в режиме сверхпластической деформации сплава ЭП975 по различным режимам, описанным в главе 5. Все сварные образцы подвергались следующей ТО: выдержка при температуре 1200 °С (6 часов), закалка на воздухе и последующее старение при 950 °С (6 часов), далее охлаждение на воздухе (методика описана в главе 2).

## **6.1 Анализ закономерностей влияния термической обработки на микроструктуру и фазовый состав твердофазных соединений из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25**

В данном разделе проанализировано влияние ТО на микроструктуру и свойства сварных образцов из разноименных сплавов на основе никеля в сочетании ЭП975//ВКНА-25, полученных при различных температурных и деформационных (деформации сплава ЭП975 со степенями 24%, 30% и 40%) режимах СД, а также с различной исходной структурой (МЗ и УМЗ) сплава ЭП975. На рисунках 6.1...6.8 представлены результаты исследований сварных образцов, полученных при различных условиях СД, подвергнутых ТО.

Влияние ТО на структуру сварных образцов, в которых были использованы образцы из сплава ЭП975 с МЗ и УМЗ структурой. Показано, что ТО оказывает существенное влияние на микроструктуру соединяемого сплава ЭП975. При высокотемпературном нагреве ( $T=1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), превышающем температуру полного растворения  $\gamma'$ -фазы, исходная УМЗ или МЗ структура сплава ЭП975 преобразуется в КЗ. При этом размере зерен  $\gamma'$ -фазы составляет  $d\gamma=130...210\text{ }\mu\text{m}$  в зависимости от условий СД и исходной микроструктуры сплава ЭП975 (Рисунок 6.1). После ТО в образцах, полученных СД при  $1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , где в сплаве ЭП975 исходная структура была МЗ, размер зерен  $\gamma'$ -фазы увеличился до  $155\pm 35\text{ }\mu\text{m}$ . В случае исходной УМЗ структуры рост зерен  $\gamma'$ -фазы был более интенсивный и их размер достиг  $210\pm 27\text{ }\mu\text{m}$ . Вероятно, это связано с тем, что согласно известным данным [194] в сплаве с исходной УМЗ структурой движущая сила миграции границы зерна больше, т.к. чем больше удельная энергия границы и меньше его размер, тем больше движущая сила. В сварных образцах, полученных СД при  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , подвергнутых ТО, средний размер зерен  $\gamma'$ -фазы несколько меньше и составляет  $130\pm 19\text{ }\mu\text{m}$ . Вероятно, вследствие того, что при СД при  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  сохранялась смешанная УМЗ микроструктура благодаря присутствию относительно крупных некогерентных частиц (26%), унаследованных от МЗ микродуплексной структуры, а также некогерентных УМЗ частиц  $\gamma'$ -фазы (20%) размером  $0,8\text{ }\mu\text{m}$ . Суммарная

объемная доля некогерентных частиц, стабилизирующих УМЗ структуру составила 46%. По-видимому, при ТО требуется больше времени для их растворения, что обусловило меньший размер зерен  $\gamma$ -фазы.

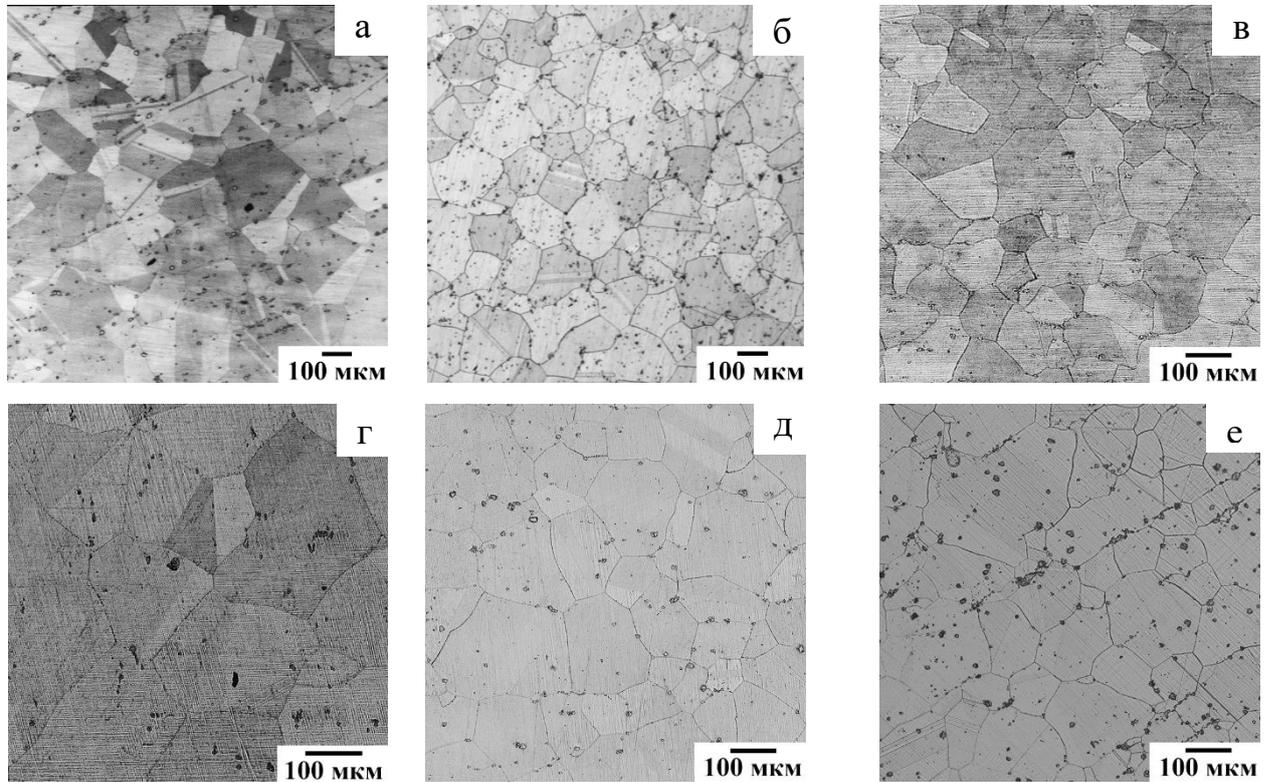


Рисунок 6.1 – Микроструктура сплава ЭП975 после ТО в сварных образцах, полученных при различных температурах СД и с различной исходной микроструктурой сплава ЭП975:

а – 1125 °С (МЗ); б – 1125 °С (УМЗ); в – 950 °С (УМЗ); г – 1075 °С (МЗ);  
д – 1125 °С (МЗ); е – 1175 °С (МЗ)

Сравнительный анализ микроструктурных изменений после ТО сварных образцов, полученных при различных температурах СД (950 °С, 1075 °С, 1125 °С и 1175 °С) показал, что существенных различий в строении ТФС не выявлено (Рисунки 6.2...6.5). Необходимо отметить, что разносторонность, которая была обнаружена в соединяемом сплаве ЭП975 после СД при температуре 1175 °С, полностью устранилась при ТО. Средний размер зерен  $\gamma$ -фазы после ТО составил  $175 \pm 37$  мкм (Рисунок 6.1 е). В КЗ микроструктуре сплава ЭП975 после ТО наблюдаются двойники отжига (Рисунки 6.1-6.3, 6.5). По данным EBSD анализа

доля большеугловых границ после ТО составляет  $\sim 92...96\%$ , из них на долю специальных двойниковых границ приходится  $22...26\%$ .

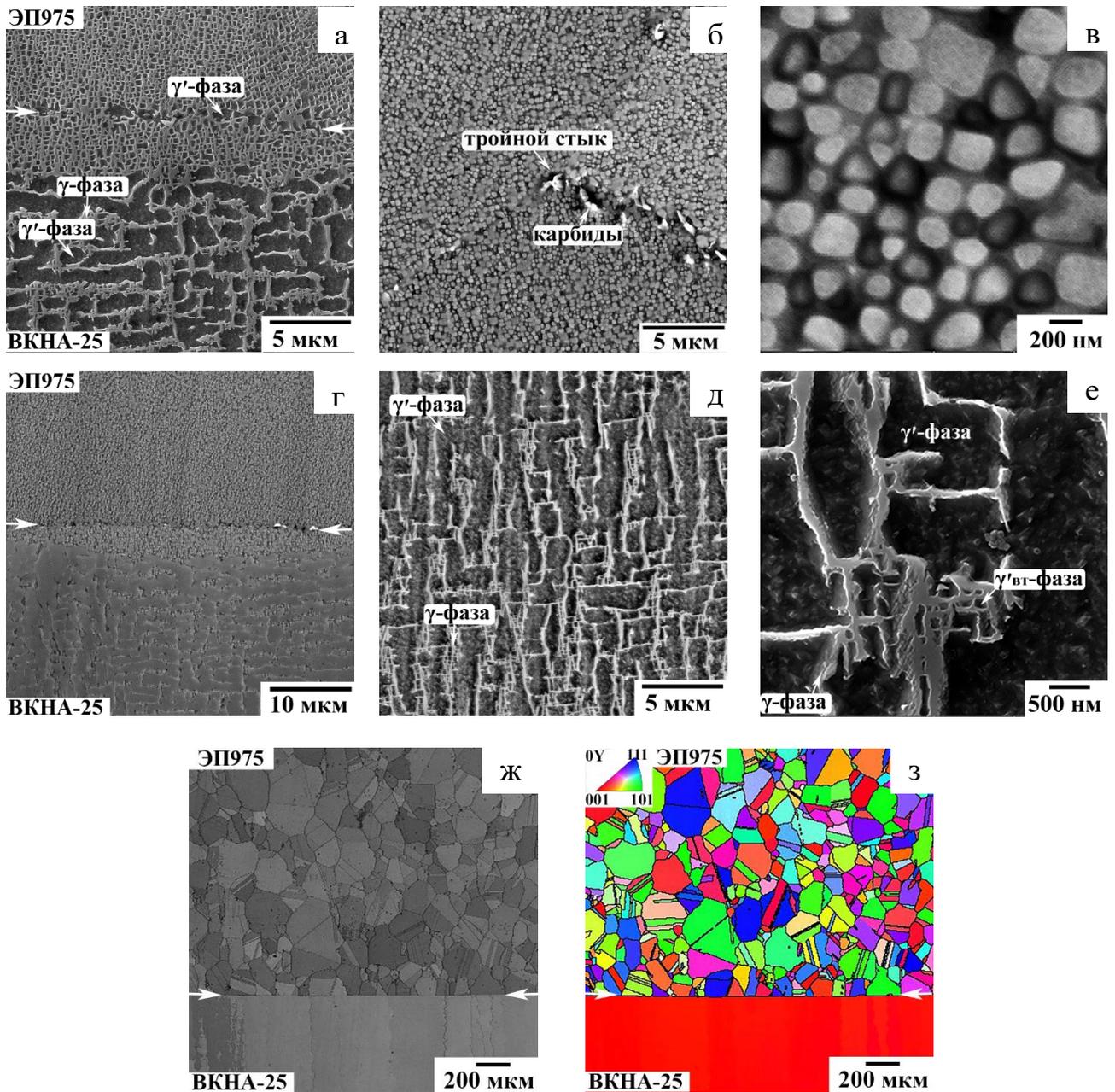


Рисунок 6.2 - Микроструктура сварных образцов после ТО, полученных СД

( $T = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 30\%$ , вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ ):

а,г – зона ТФС (РЭМ); б,в – ЭП975; д,е – ВКНА-25;

ж – карта контрастов зоны ТФС; з – EBSD карты ориентировок кристаллов в зоне ТФС

Последующее старение приводит к гомогенному выделению в теле крупных зерен сплава ЭП975 матричной  $\gamma$ -фазы дисперсных когерентных частиц, упрочняющей  $\gamma'$ -фазы размером 150...500 нм. Основная часть (~85...90%) выделений  $\gamma'$ -фазы имеет кубоидную форму с длиной ребра ~ 0,5 мкм (Рисунок 6.2 б, в, 6.3 е, 6.4 г.). Оставшаяся часть более крупных выделений  $\gamma'$ -фазы (~10...15%) имеет округлую форму. На границах зерен матричной  $\gamma$ -фазы обнаружено образование светлых частиц длиной от 0,4 до 1 мкм и толщиной от 100 до 300 нм (Рисунок 6.2 б). По результатам ЭДА обнаружено, что указанные частицы обогащены углеродом и карбидообразующими элементами W и Cr. По-видимому, эти частицы являются карбидами этих легирующих элементов [161, 166], доля которых незначительна.

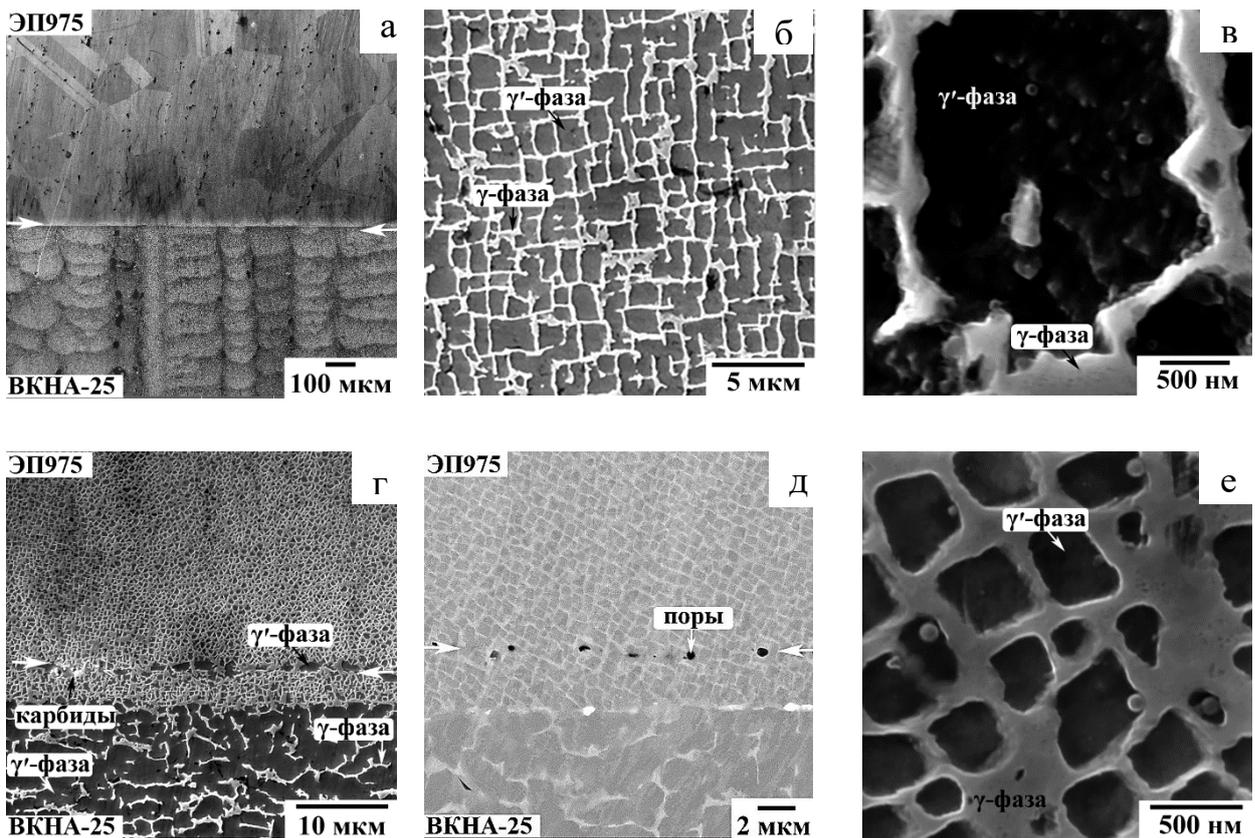


Рисунок 6.3 – Микроструктура сварных образцов после ТО, полученных СД  
 ( $T = 1125 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$ ; вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ ):  
 а, г, д – зона ТФС; б, в – ВКНА-25; е – ЭП975

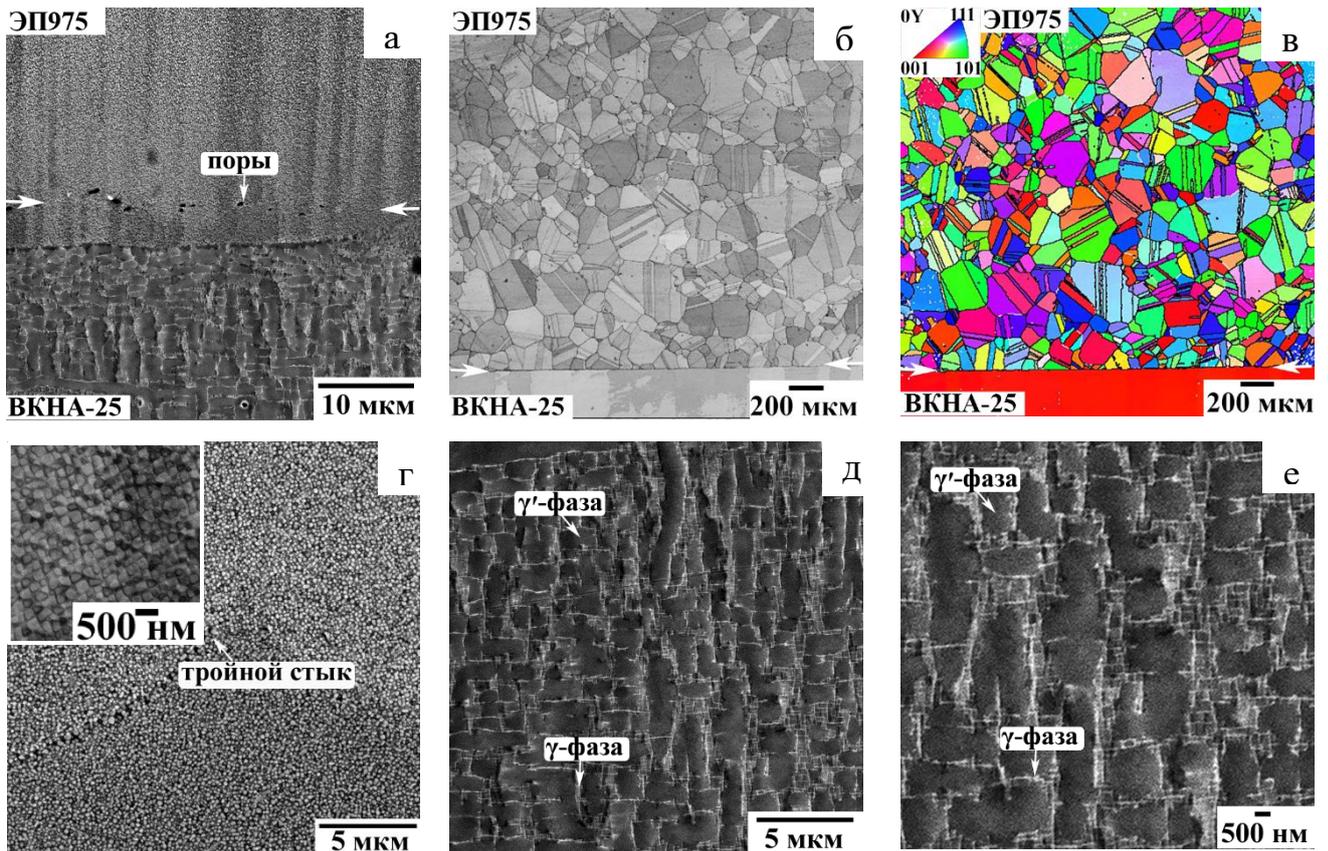


Рисунок 6.4 – Микроструктура сварных образцов после ТО, полученных СД  
( $T = 1125 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 40\%$ , вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-1} \text{ Па}$ )

а – зона ТФС (РЭМ); б – карта контрастов зоны ТФС; в – EBSD карты ориентировок кристаллов в зоне ТФС;

г – ЭП975; д, е – ВКНА-25

Проведение ТО сварных образцов, включающей высокотемпературный отжиг (закалка) и последующее старение (см. раздел 2.4), приводит к активации процессов диффузии всех элементов, даже таких, как W, Nb, Mo Ti, Re. Образованная на стадии СД диффузионная зона характеризуется формированием градиентного изменения фазового состава и микроструктуры. ТО приводит к расширению в  $\sim 2 \dots 4$  раза ширины диффузионной зоны. На рисунке 6.6 а (серые столбцы) представлены данные по ширине диффузионной зоны сварных образцов, полученных по различным режимам СД. Ширина диффузионной зоны сварных образцов, полученных при  $T = 1125 \text{ }^\circ\text{C}$  и  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$  после ТО составила

70...80 мкм – то есть увеличилась в  $\sim 2$  раза, а при 950 °С составила 75 мкм – увеличилась в  $\sim 4$  раза.

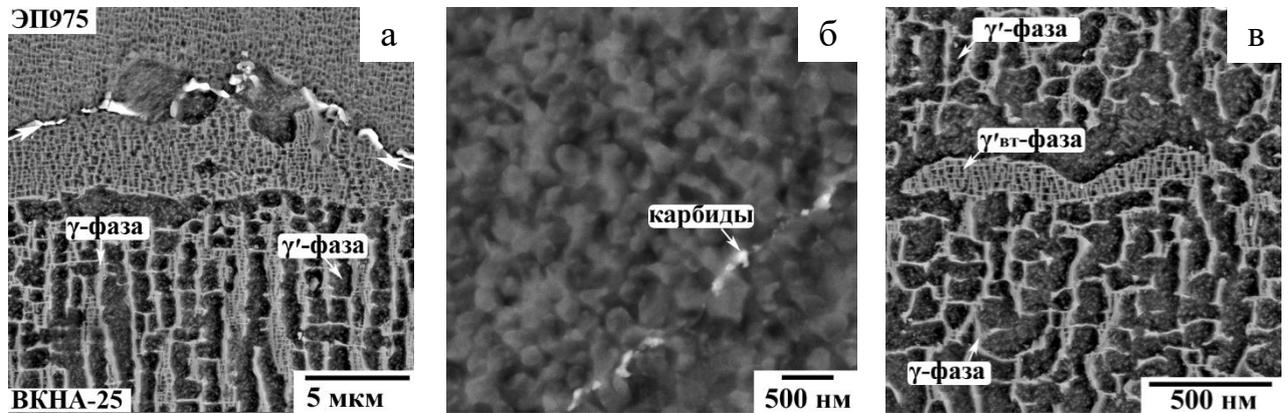


Рисунок 6.5 – Микроструктура сварных образцов после ТО, полученных СД  
( $T = 1175$  °С,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$ , вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-2}$  Па)  
а – зона ТФС; б – ЭП975; в – ВКНА-25

В зоне ТФС на границе раздела обнаружено образование более крупных частиц  $\gamma'$ -фазы длиной 1,5...3,0 мкм и толщиной 0,6...0,8 мкм (Рисунок 6.2 а, 6.3 г). Показано, что в сварных образцах, полученных в условиях низкого ( $P = 5 \cdot 10^{-1}$  Па) вакуума после ТО наблюдается увеличение относительной протяженности пор до  $\sim 20...25\%$  (Рисунок 6.6 а). При этом поры становятся более округлыми [161, 166]. Однако, в случае СД по усовершенствованной методике в условиях улучшенного ( $P = 5 \cdot 10^{-2}$  Па) вакуума объемная доля пор в сварных образцах, полученных при  $T = 1125$  °С и 1175 °С не превысила 5% (Рисунок 6.6 в).

Установлено [161, 166], микроструктура сплава ВКНА-25 в зоне, непосредственно прилегающей к границе раздела, в результате ТО преобразовалась в микроструктуру, характерную для дисперсионно-твердеющего ЖНС:  $\gamma$ -фаза, в которой выделены кубоидные частицы вторичной  $\gamma'$ -фазы размером 20...600 нм. Ширина такой зоны со структурой аналогичной сплаву ЭП975 составляет до 10 мкм (Рисунок 6.2...6.5). По данным ЭДА выявлено, что образовавшаяся зона представляет собой  $\gamma$ -твердый раствор, который имеет промежуточный состав между составами соединяемых сплавов ВКНА-25 и ЭП975.

Далее вглубь сплава ВКНА-25 формируется переходная зона шириной до 15...20 мкм с утолщенными прерывистыми прослойками  $\gamma$ -твердого раствора, в которых дополнительно выделяются дисперсные частицы  $\gamma'$ -фазы размером до 150 нм (Рисунок 6.2 е, 6.4 е, 6.5 в). В этой зоне со стороны сплава ВКНА-25 выявлены незначительные изменения морфологии структурных составляющих дендритов. Наблюдается растворение отдельных горизонтальных прослоек-перемычек  $\gamma$ -фазы, что приводит к слиянию участков  $\gamma'$ -матрицы и преобразованию их в прямоугольные участки (Рисунок 6.5 а), ориентированные в направлении роста монокристалла с КГО [001]. При этом, толщина прослоек  $\gamma$ -фазы, вытянутых в направлении роста монокристалла, возросла до 250...600 нм, а их границы стали извилистыми.

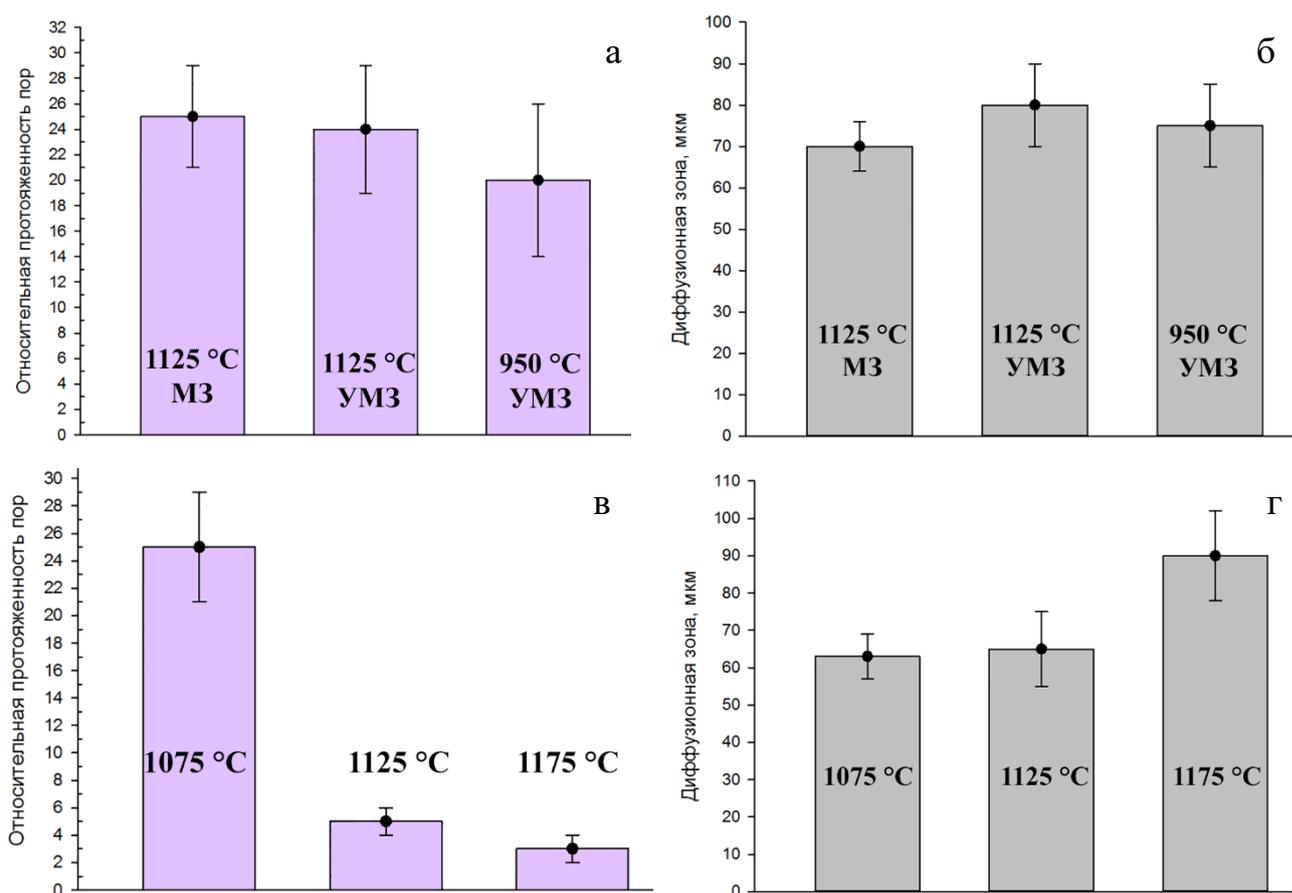


Рисунок 6.6 – Влияние исходной микроструктуры сплава ЭП975 (а, б) и температуры СД (в, г) на относительную протяженность (а, в) пор и ширину диффузионной зоны (б, г) в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после ТО

Несмотря на указанные изменения, микроструктура сплава ВКНА-25 сохраняется монокристаллической, что подтверждается данными EBSD анализа (Рисунок 6.2 з и 6.4 в). Большеугловые границы в монокристаллическом сплаве не обнаружены.

Вышеизложенное свидетельствует о том, что сохраняется регламентированная структура, необходимая для обеспечения максимальных жаропрочных свойств сплава ВКНА-25 с монокристаллической структурой, которая согласно данным работы [52] термически стабильна до 1200 ... 1250 °С.

Влияние ТО на структуру сварных образцов, полученных при 1125 °С с различной степенью деформации (24%, 30% и 40%). Исследованы микроструктурные изменения в зоне ТФС сварных образцов, полученных при  $T=1125$  °С с различными степенями деформации (глубина вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па) [161]. Показано, что при изученных степенях деформации в зоне ТФС происходит незначительное изменение морфологии и размера пор. По сравнению с состоянием после СД размер пор увеличился до 300...500 нм (Рисунки 6.7...6.10), при этом поры стали более округлые.

В зоне ТФС, непосредственно прилегающей к границе раздела соединяемых материалов, со стороны сплава ВКНА-25 после ТО сформировалась структура, аналогичная структуре ЖНС: в  $\gamma$ -матрице выделились когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы кубоидной формы. Далее вглубь сплава ВКНА-25 наблюдается зона с широкими  $\gamma$ -прослойками, в которых также выделились дисперсные частицы  $\gamma'_{вт.}$ -фазы. Причем наиболее заметно выделение таких частиц вторичной  $\gamma'_{вт.}$ -фазы обнаруживается в образцах, полученных со степенями деформации сплава ЭП975 30% и 40%, размер которых составляет 50...400 нм (Рисунок 6.7).

Пористость в сварных образцах, полученных при степенях деформации составляющей 24% и 30% увеличилась с 8...15% до 25%. Минимальная пористость наблюдается в сварных образцах, в которых степень деформации сплава ЭП975 составила 40% (Рисунок 6.8, сиреневые столбцы). В них пористость увеличилась с 2...3% (после СД) до 5% после ТО [161].

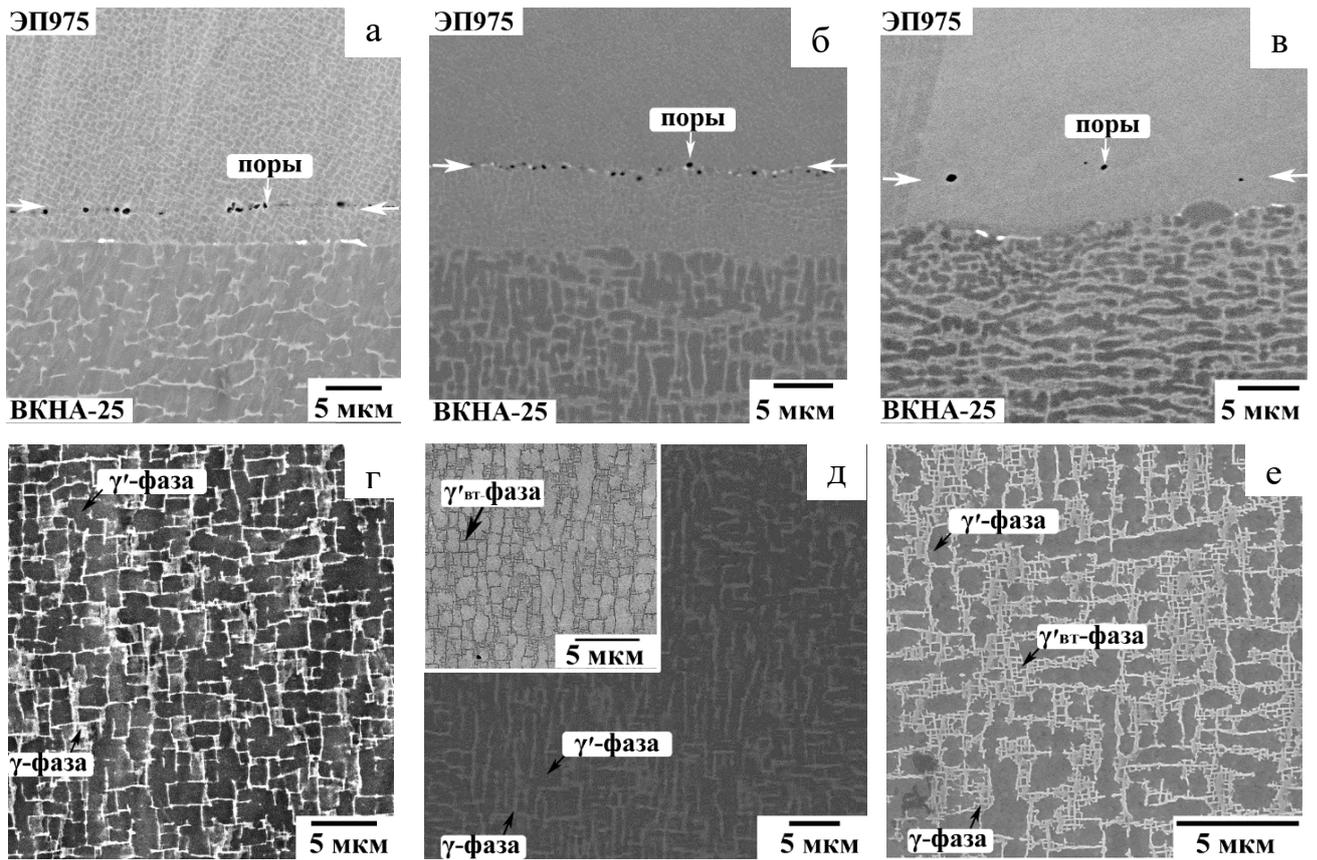


Рисунок 6.7 – Микроструктура сварных образцов ЭП975//VKNA-25 с различной степенью деформации, полученных СД при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Вакуум  $P=5\cdot 10^{-1}\text{ Па}$ ), после ТО (режим съемки BSE, полированные образцы):

а-в – зона ТФС; г-е– сплав VKNA-25; а, г – 24%, б, д – 30%; в, е – 40%

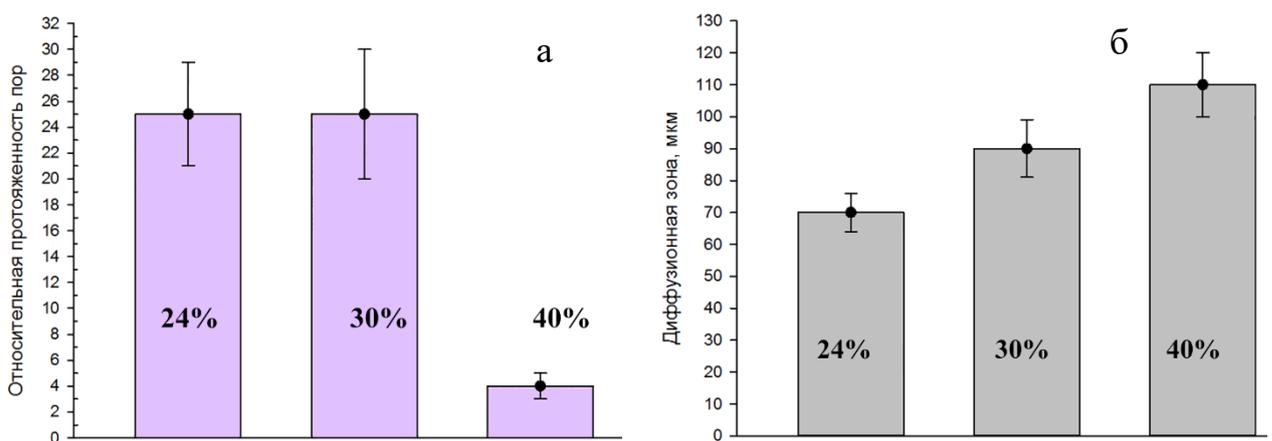


Рисунок 6.8 – Влияние степени деформации на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной зоны (б) сварных образцов ЭП975//VKNA-25 после ТО (СД при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}=24\%, 30\%, 40\%$ , Вакуум  $P=5\cdot 10^{-1}\text{ Па}$ )

В структуре сварных образцов, полученных СД с  $\varepsilon=24\%$  после ТО, наблюдаются только единичные частицы вторичной  $\gamma'_{\text{вт.}}$ -фазы в утолщённых  $\gamma$ -прослойках. Между описанными зонами видна хорошо различимая граница, а граница между зоной с широкими прослойками и «основным материалом» сплава ВКНА-25 плавная.

В сплаве ЭП975 изменения аналогичные как описано в предыдущем разделе: вследствие высокотемпературного нагрева выше температуры растворения растворения  $\gamma$ -фазы произошел рост зерен матричной  $\gamma$ -фазы до  $155\pm 35$  мкм. В теле зерен выделены преимущественно кубоидные частицы  $\gamma'$ -фазы (Рисунок 6.3 е, 6.4 г, 6.7)

Важно отметить, что ТО сварных образцов ЭП975//ВКНА-25 способствует активации в них диффузии всех элементов, а особенно таких как W, Mo, Ti, Nb, Re. На границе раздела соединяемых материалов обнаружено увеличение пористости, что, возможно, связано с проявлением эффекта Киркендала [161, 164, 165].

Для всех рассмотренных случаев СД ( $T=1125$  °С,  $\varepsilon_{\text{ЭП975}}=24\%$ , 30% и 40%, вакуум  $P=5\cdot 10^{-1}$  Па), после ТО характер концентрационных линий распределения легирующих элементов становится более плавным (Рисунок 6.9), а диффузионная зона расширяется  $\sim 2\dots 2,5$  раза по сравнению с нетермообработанным состоянием [161, 165, 166]. Описанные изменения обусловлены воздействием высокой температуры (1200 °С), при которой осуществляется активация диффузии тугоплавких элементов, что отражается не только в расширении диффузионной зоны, но более плавном характере изгибов на кривых распределения легирующих элементов в зоне ТФС.

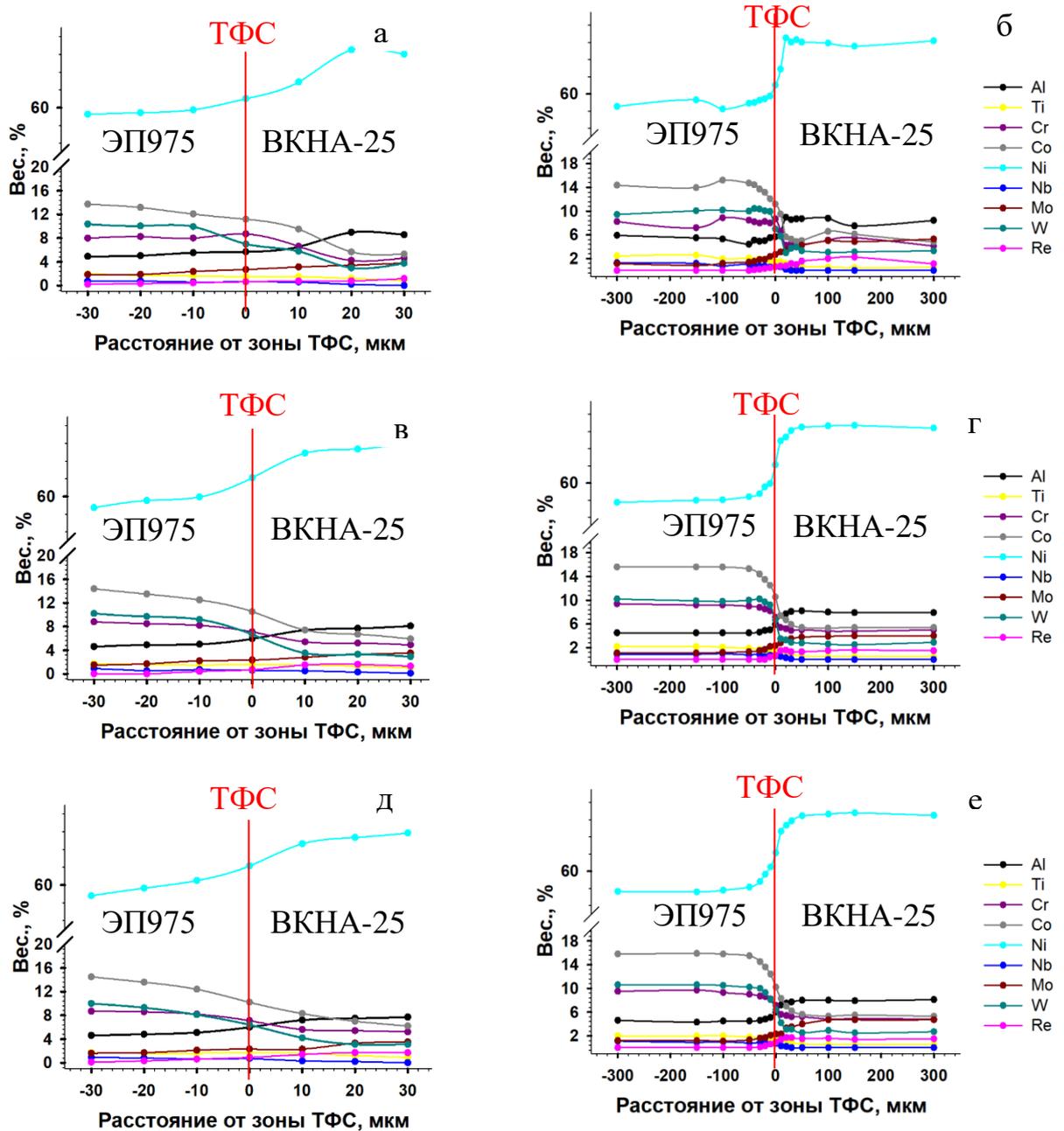


Рисунок 6.9 – Распределение элементов в поперечном направлении в сварных образцах с различными степенями деформации сплава ЭП975 при переходе от сплава ЭП975 к сплаву ВКНА-25 после ТО а, б – 24%; в, г – 30%; д, е – 40%

Повышение глубины вакуума до  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па не оказало существенного влияния на микроструктурные изменения (Рисунок 6.10), происходящие в сварных образцах ЭП975//ВКНА-25 после ТО. В результате ТО выявляются те же закономерности и особенности формирования микроструктуры, что и в

условиях более низкого вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па [180]. Никаких изменений в ориентации монокристалла после ТО не произошло (Рисунок 6.11).

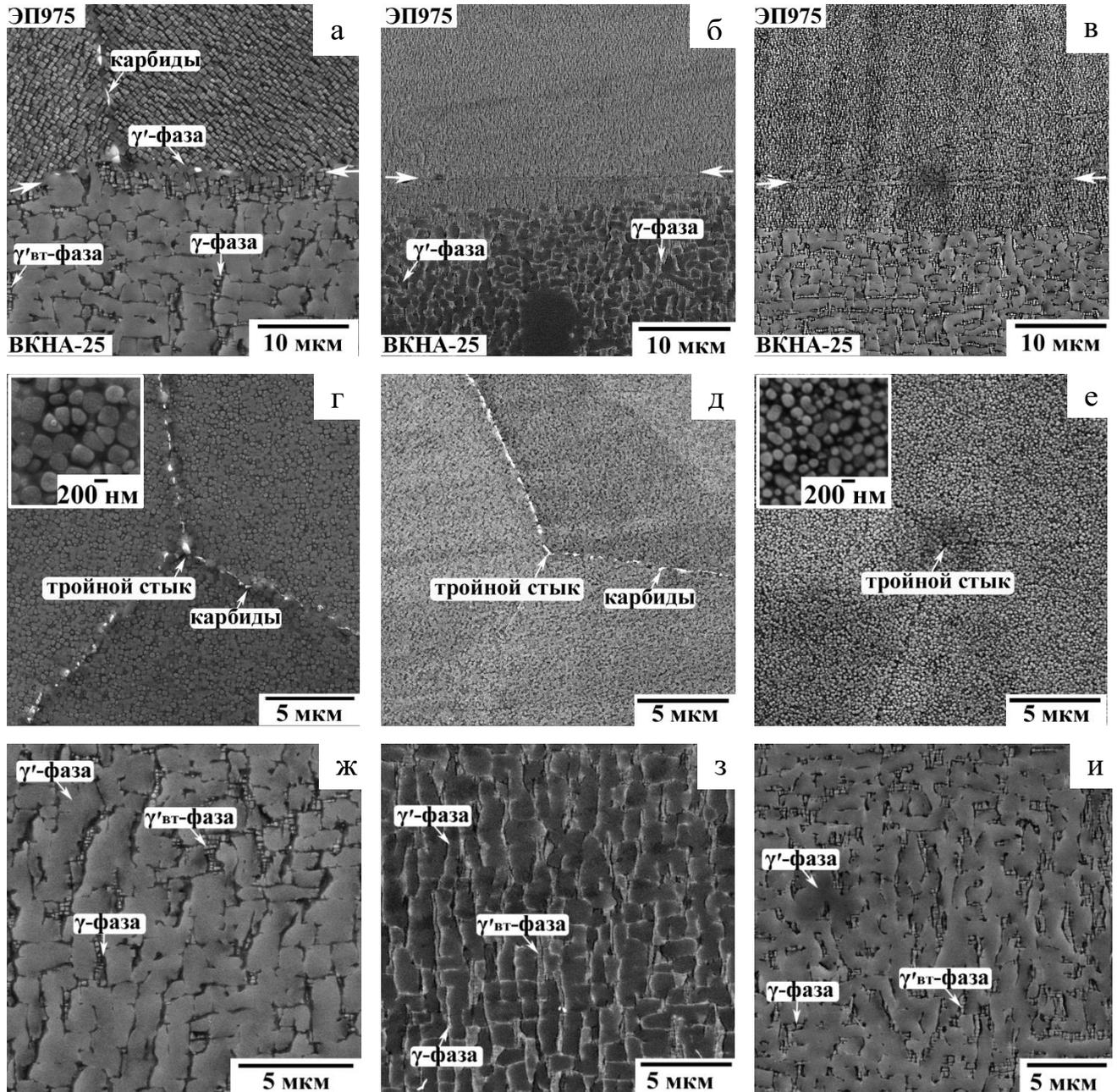


Рисунок 6.10 – Микроструктура сварных образцов ЭП975//ВКНА-25 с различной степенью деформации, полученных СД при  $T=1125$  °С

(Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па), после ТО (режим съемки BSE):

а, б, в – зона ТФС; г, д, е – сплав ЭП975; ж, з, и – ВКНА-25;

а, г, ж – 24%, б, д, з – 30%; в, е, и – 40%

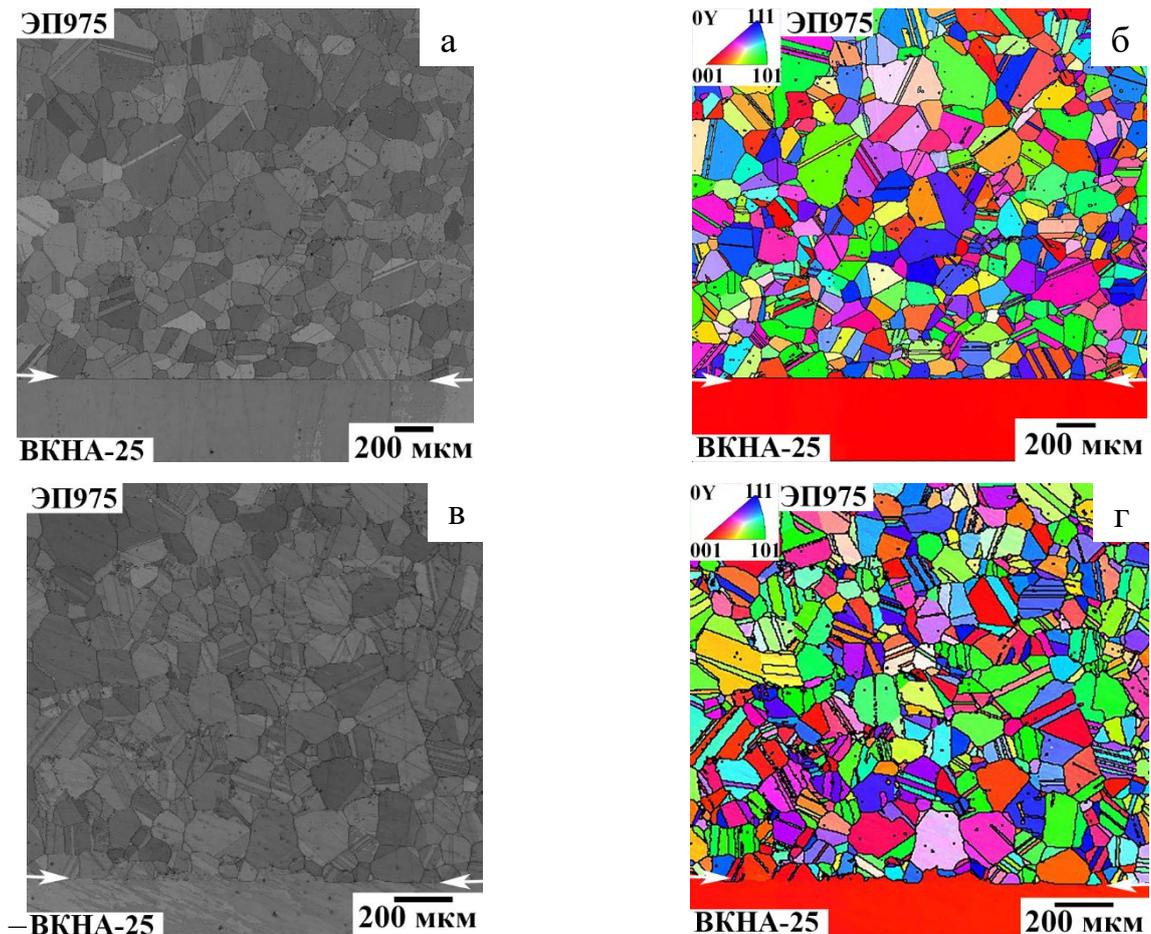


Рисунок 6.11 –EBSD анализ сварных образцов ВКНА-25//ЭП975 при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (Вакуум  $5 \cdot 10^{-2}$  Па) после ТО  $\varepsilon_{\text{ЭП975}} = 24\%$  (а, б) и  $40\%$  (в, г):

а, в – карты контрастов, б, г – EBSD карты ориентировок кристаллов в зоне ТФС

Следует отметить существенное влияние глубины вакуума на порообразование в зоне ТФС сварных образцов из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 (Рисунок 6.12). Как было отмечено ранее, объемная доля пор в зоне ТФС сварных образцов со степенями деформации 24% и 30%, полученных в условиях вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па, после ТО составила 25%. Лишь при большей степени деформации (40%) удалось обеспечить минимизацию порообразования в зоне ТФС, составляющей 5% (Рисунок 6.8).

Таким образом, наилучшие результаты по качеству ТФС были достигнуты в сварных образцах, полученных по усовершенствованной методике в условиях улучшенного вакуума  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па при СД. Как было отмечено ранее в разделе 5.2,

при всех исследованных режимах СД сформировано практически беспористое соединение. В этом случае ТО не привела к существенным изменениям пористости ТФС по сравнению со сварными образцами: объемная доля пор не превысила 5% (Рисунок 6.12). Усовершенствованная методика СД не оказывает влияния на ширину диффузионной зоны: в сварных образцах, полученных при  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па (Рисунок 6.8) и при  $5 \cdot 10^{-2}$  Па (Рисунок 6.12) после ТО соизмерима.

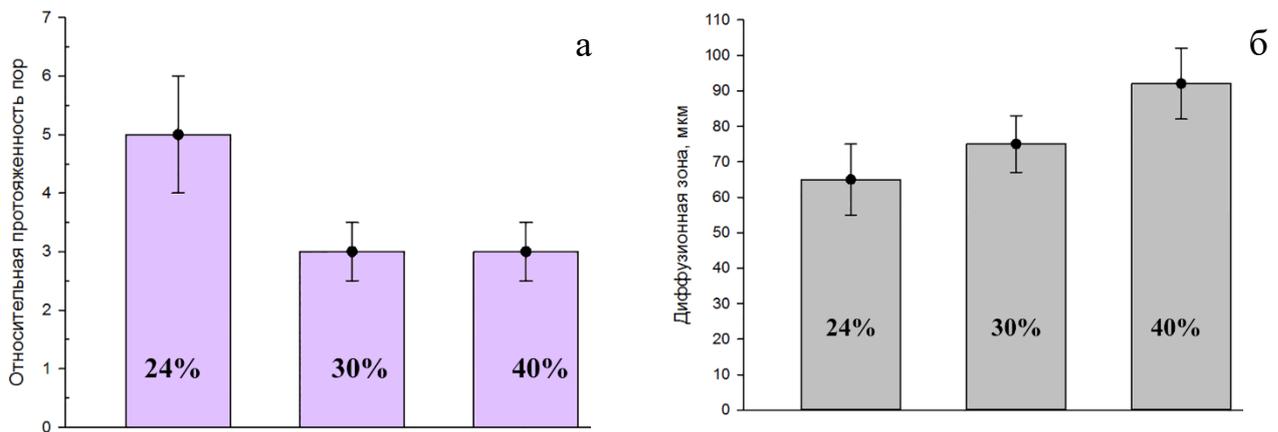


Рисунок 6.12 – Влияние степени деформации на относительную протяженность пор (а) и ширину диффузионной зоны (б) в сварных образцах после ТО (СД при  $T=1125$  °С,  $\varepsilon_{ЭП975} = 24\%, 30\%, 40\%$ ,  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па)

Анализ вышеприведенных результатов позволяет выявить ряд общих закономерностей изменений микроструктуры и фазового состава в зоне ТФС, а также в основных соединяемых материалах в сварных образцах в сочетании разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25, подвергнутых ТО, которые характерны для всех изученных режимов СД.

*В сплаве ЭП975.* В результате высокотемпературной (1200 °С) ТО на твердый раствор крупные некогерентные частицы  $\gamma'$ -фазы полностью растворились, а зерна  $\gamma$ -фазы в результате прохождения собирательной рекристаллизации укрупнились до 130...210 мкм, в зависимости от режимов СД. При последующем старении при 950 °С в теле крупных зерен  $\gamma$ -фазы выделились дисперсные когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы. Со стороны сплава ЭП975 в зоне, прилегающей к границе раздела,

микроструктура такая же, и как на значительном отдалении: внутри зерен  $\gamma$ -матрицы гомогенно выделены дисперсные когерентные частицы вторичной  $\gamma'$ -фазы, размер которых составляет 150...500 нм. В микроструктуре выявляется множество двойников отжига [166].

*Зона ТФС.* Вдоль границы раздела можно наблюдать цепочки выделений более крупных частиц  $\gamma'$ -фазы шириной 0,6...0,8 мкм и длиной 1,5...3,0 мкм, а также карбидные частицы. ТО приводит к укрупнению пор, они становятся более округлые за счет чего объемная доля несколько увеличивается, расстояние между порами тоже увеличивается в зависимости от условий СД. В результате ТО активируется диффузия всех элементов, а особенно таких как Nb, Ti, Re, W, Mo. Ширина диффузионной зоны после ТО увеличивается в  $\sim 2...4$  раза по сравнению с нетермообработанным состоянием.

*Сплав ВКНА-25.* После ТО от границы раздела в сторону соединяемого сплава ВКНА-25 наблюдаются изменения микроструктуры. Вблизи границы раздела сформирована узкая зона глубиной до 10 мкм, микроструктура которой типична для жаропрочного никелевого сплава: в  $\gamma$ -фазе (твердый раствор на основе никеля) выделены дисперсные когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы размером 20...600 нм. Несмотря на локальные микроструктурные изменения вблизи границы раздела в зоне ТФС структура интерметаллидного сплава ВКНА-25 сохраняется монокристаллической, что важно для обеспечения его максимальных жаропрочных свойств.

## **6.2 Механические свойства сварных образцов из разноименных сплавов на основе никеля ЭП975//ВКНА-25**

Одной из определяющих характеристик сварного соединения является его прочность. Оценка прочности сварных образцов ЭП975//ВКНА-25 была проведена по результатам механических испытаний на растяжение при комнатной и рабочей температуре сплава ЭП975 ( $T=850$  °С). Полученные значения прочности сварных образцов сравнивали с уровнем прочности соединяемых сплавов в исходном

состоянии перед СД и подвергнутых ТО. Прочность при комнатной температуре составила:  $1564 \pm 81$  МПа для ЭП975 с МЗ структурой,  $1594 \pm 98$  МПа для ЭП975 с УМЗ структурой и  $1000 \pm 100$  МПа для ВКНА-25. При  $T=850$  °С прочность сплавов в исходном состоянии составляет:  $869 \pm 48$  МПа для ЭП975 с МЗ структурой и  $658 \pm 33$  МПа с УМЗ структурой, а для ВКНА-25 составляет  $789 \pm 73$  МПа. Прочность исходных сплавов после ТО при комнатной температуре  $1339 \pm 75$  МПа и  $1250 \pm 55$  МПа для ЭП975 и ВКНА-25, соответственно.

С ростом степени деформации сплава ЭП975 с 24 до 40% в процессе СД при высокой температуре  $T=1125$  °С происходит увеличение времени термического и деформационного воздействия (с  $\sim 40$  до  $\sim 70$  мин.) [161]. Это обстоятельство, а также последующее проведение ТО, включающей высокотемпературный отжиг и старение, приводит к развитию стадии объемного взаимодействия за счет протекания гетеродиффузии легирующих элементов, что оказало положительное влияние на повышение прочности сварных соединений (Таблица 6.1).

Таблица 6.1 – Механические свойства сварных образцов при комнатной и повышенной температуре ( $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па)

Состояние ЭП975	Вид обработки, $\epsilon_{\text{ЭП975}}$	$T_{\text{СД}}$ , °С	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}$ , МПа, $T=20$ °С	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}$ / $\sigma_{\text{В}}^{\text{ВКНА-25}}$ ( $T=20$ °С)	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}$ , $T=850$ °С	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}$ / $\sigma_{\text{В}}^{\text{ВКНА-25}}$ ( $T=850$ °С)
МЗ	СД 24%	1125	$606 \pm 20$	0,6	$507 \pm 17$	0,5
	СД 24% + ТО		$697 \pm 33$	0,7	$644 \pm 24$	0,64
	СД 30%		$723 \pm 31$	0,72	$668 \pm 22$	0,67
	СД 30% + ТО		$772 \pm 35$	0,75	$705 \pm 22$	0,71
	СД 40%		$787 \pm 30$	0,79	-	-
	СД 40% + ТО		$837 \pm 34$	0,84	-	-
УМЗ	СД 30%	1125	$763 \pm 36$	0,76	$683 \pm 25$	0,68
	СД 30% + ТО		$795 \pm 41$	0,8	$702 \pm 28$	0,7
	СД 30%	950	$564 \pm 25$	0,6	-	-
	СД 30% + ТО		$714 \pm 26$	0,7	-	-
<p>Примечания: <math>T_{\text{СД}}</math> – Температура СД;  <math>\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}</math> - предел прочности сварных образцов,  <math>\sigma_{\text{В}}^{\text{ВКНА-25}}</math> – предел прочности интерметаллидного сплава ВКНА-25</p>						

Термическая обработка также оказала влияние на механические свойства образцов исходного материала. Вследствие ТО в сплаве в прослойках  $\gamma$ -фазы дополнительно выделились дисперсные частицы, что, по-видимому, дополнительно упрочнило сплав ВКНА-25.

Как видно из приведенных данных, существует прямая зависимость между степенью деформации при СД, которая была осуществлена при глубине вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па, шириной диффузионной зоны и прочностью сварных образцов как в состоянии после СД, так и после ТО. По результатам исследований сварных образцов после механических испытаний установлено, что разрушение происходит вдоль границы раздела, где в основном сконцентрированы дефекты ТФС в виде оксидов и пор. Как отмечено в предыдущем разделе, с повышением степени деформации ЭП975 доля пор в ТФС уменьшается. Это в свою очередь оказывает благоприятное влияние на прочность сварных соединений: предел прочности повышается с ростом степени деформации сплава ЭП975 при СД при 1125 °С. Во всех случаях ТО способствует повышению прочностных характеристик сварных соединений. После СД при глубине вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па максимальные значения прочности сварных соединений были получены при СД со степенью деформации 40%, при которой пористость на границе раздела практически отсутствует, и последующей ТО. Аналогичные закономерности обнаружены при рабочей температуре (850 °С): прочность ТФС возрастает с увеличением степени и температуры деформации (Таблица 6.1) [161].

Исследованы поверхности разрушения испытанных на растяжение образцов с ТФС, которые были получены при СД в условиях вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па. Характерные особенности изломов после испытаний при 20 °С приведены на рисунке 6.13 на примере сварных пар ЭП975//ВКНА-25 после СД и СД+ТО.

Во всех случаях характер разрушения вязкий, ямочный: вытягиваются стенки  $\gamma$ -фазы, окружающей выделения  $\gamma'$ -фазы. После ТО стенки становятся более вытянутыми (Рисунок 6.13.в, г).

Фактографический анализ изломов позволил выявить наличие отдельных выделений оксидов, которые, по-видимому, были образованы вследствие

окисления по крайней мере одной из поверхностей, соединяемых образцов в контейнере [161], внутри которого при СД был низкий вакуум ( $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па). Вероятно, вследствие развития гетеродиффузии карбидообразующих легирующих элементов между соединяемыми материалами в зоне ТФС происходит формирование карбидов, которые, по-видимому, повышают прочность, не ухудшая пластичности.

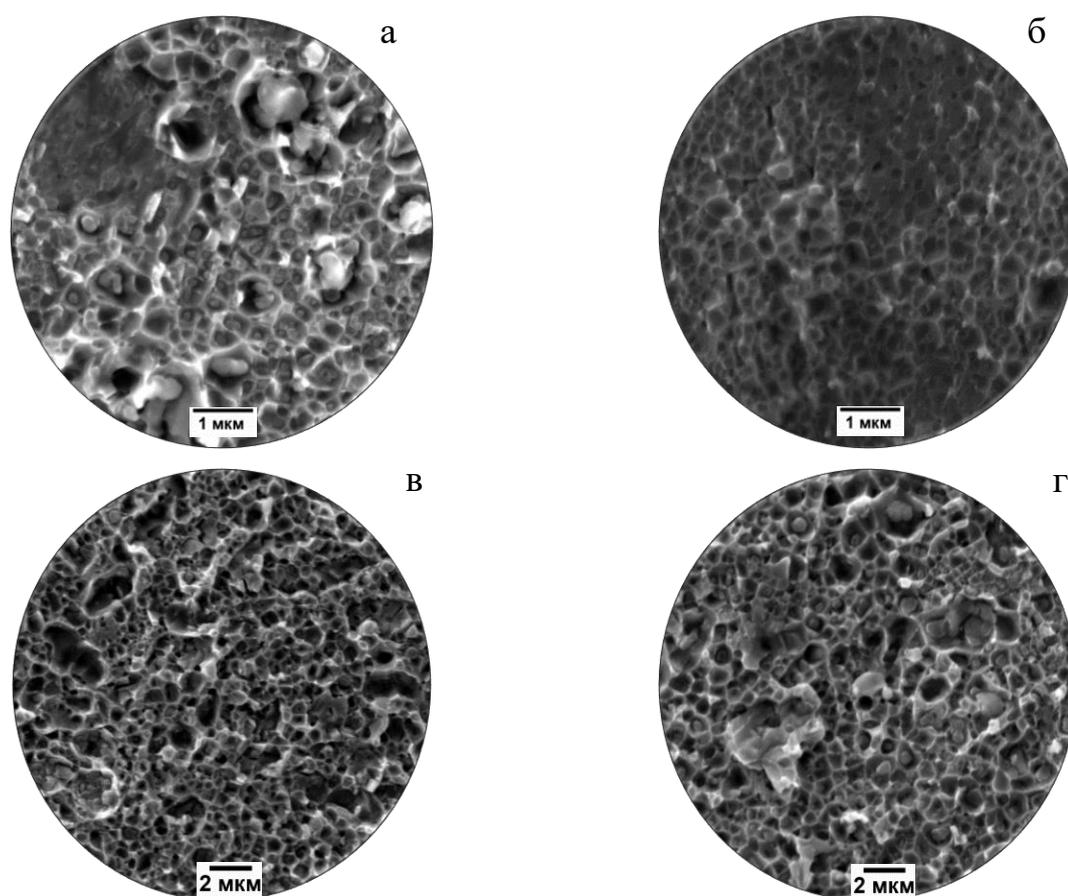


Рисунок 6.13 – Поверхность разрушения по зоне ТФС (а, в – ЭП975; б, г – ВКНА-25, растяжение при 20 °С) сварных образцов ВКНА-25//ЭП975, полученных при СД при  $T=1125$  °С,  $\epsilon_{\text{ЭП975}}=24\%$ ; ( $D_{\gamma_{\text{ЭП975}}}=8$  мкм, вакуум  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па): а, б – СД, в, г – СД+ТО

Обнаружено, что ТО приводит к повышению предела прочности сварных образцов при 20 °С всех исследованных сварных образцов: для образцов со степенью деформации при СД  $\epsilon=24\%$  на ~15%, а при  $\epsilon=30\%$  на ~5%. После ТО прочность сварных образцов, испытанных при температуре 850 °С, практически не

изменилась (таблица 6.1). Предел прочности сварных образцов в состоянии после СД+ТО при комнатной температуре не ниже 0,7 от предела прочности сплава ВКНА-25 ( $\sigma_B=1000$  МПа).

Микротвёрдость также является методом исследования механических характеристик материала, т.к. позволяет дать детальную характеристику изменения механических свойств в зоне ТФС, а также в соединяемых материалах. Проведена оценка механических характеристик в зоне ТФС путем микроиндентирования на шлифах в зоне ТФС образца и на половине расстояния между центром и краем каждого из соединяемых образцов. Во всех изученных состояниях значение микротвердости в зоне ТФС соответствует среднему значению между величинами микротвердости соединяемых сплавов. После СД микротвердость сплава ЭП975 ( $D_{\text{зерна}}=8$  мкм)  $5,5\pm 0,5$  ГПа, диффузионной зоны соединения  $5,2\pm 0,4$  ГПа, сплава ВКНА-25 составляет  $4,5\pm 0,5$  ГПа. После СД+ТО микротвердость сплава ЭП975 (МЗ) и диффузионной зоны соединения составляет  $5,2\pm 1,5$  ГПа. Микротвердость сплава ВКНА-25 в сварном образце такая же, как у исходного сплава, без обработки и составляет  $4,5\pm 0,6$  ГПа. Никаких пиков или провалов микротвердости не обнаружено, что косвенно свидетельствует об отсутствии хрупких включений в зоне ТФС.

При выполнении экспериментов благодаря техническим приемам (см. глава 2 и 5), направленным на усовершенствование методики СД, был достигнут вакуум с остаточным давлением  $P=5\cdot 10^{-2}$  Па, что на порядок глубже, чем в вышеописанных экспериментах. Для оценки влияния улучшенных условий СД на прочность сварных образцов из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 проведена еще одна серия экспериментов по СД с различной степенью деформации. Установлено, что предел прочности сварных образцов полученных СД при температурах 1075 °С, 1125 °С и 1175 °С составил 550...1259 МПа (таблица 6.2). Показано, что в достижение высокого уровня прочности ТФС сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25 существенный вклад (9...18%) внесла также ТО сварных образцов по режиму, который применяется для сплава ЭП975. Достигнутая прочность ТФС превышает прочность сплава ВКНА-25. Поэтому неудивительно, что при механических

испытаниях разрушение сварных образцов происходило не в зоне ТФС, а вдали от нее - в рабочей части по сплаву ВКНА-25 (Рисунок 6.14).

Таблица 6.2 – Механические свойства сварных образцов при комнатной температуре ( $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па) из разноименных сплавов на основе никеля ЭП975//ВКНА-25

Вид обработки, $\epsilon_{\text{ЭП975}}$ ,	$T_{\text{СД}}, \text{ }^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}, \text{ МПа,}$ $T=20 \text{ }^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}} / \sigma_{\text{В}}^{\text{ВКНА-25}}$
СД 24%	T=1075	550±24	0,55 Разрушение по ТФС
СД 24%+ТО		950±38	0,95 Разрушение по ТФС
СД 24%	T=1125	1076±33	Разрушение по ВКНА-25
СД 24% + ТО		1217±40	
СД 30%		1094±35	
СД 30% + ТО		1326±39	
СД 40%		1075±51	
СД 40% + ТО		1261±63	
СД 24%	T=1175	1160±38	
СД 24% + ТО		1259±58	
<p><i>Примечания:</i> сплав ЭП975 перед СД имел МЗ структуру  <math>T_{\text{СД}}</math> – Температура СД; <math>\sigma_{\text{В}}^{\text{ТФС}}</math> - предел прочности сварных образцов,  <math>\sigma_{\text{В}}^{\text{ВКНА-25}}</math> – предел прочности интерметаллидного сплава ВКНА-25</p>			

Сравнительный анализ сварных образцов, полученных СД по двум вариантам (см. раздел 2.3.2) основным отличием которых является различная глубина вакуума  $P=5 \cdot 10^{-1}$  Па (вариант 1) и  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па (вариант 2), усовершенствованная методика СД), позволил выявить некоторые особенности влияния степени деформации на свойства сварных образцов. В сварных образцах, полученных по 1 варианту, было обнаружено, что увеличение степени деформации сплава ЭП975 при СД приводит к росту прочности от 0,7 до 0,84 от сплава ВКНА-25. В отличие от 1 варианта в сварных образцах, полученных по 2 варианту обнаружено, что повышение глубины вакуума до  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па приводит к тому, что в сварных образцах, полученных при температурах 1125 °С и 1175 °С прочность

сварных образцов соответствует уровню сплава ВКНА-25, а после ТО даже превышает его (таблица 6.2.). Все сварные образцы, полученные при температурах 1125 °С и 1175 °С, разрушились по сплаву ВКНА-25 (таблица 6.2). Типичный вид испытанного сварного образца представлен на рисунке 6.14.

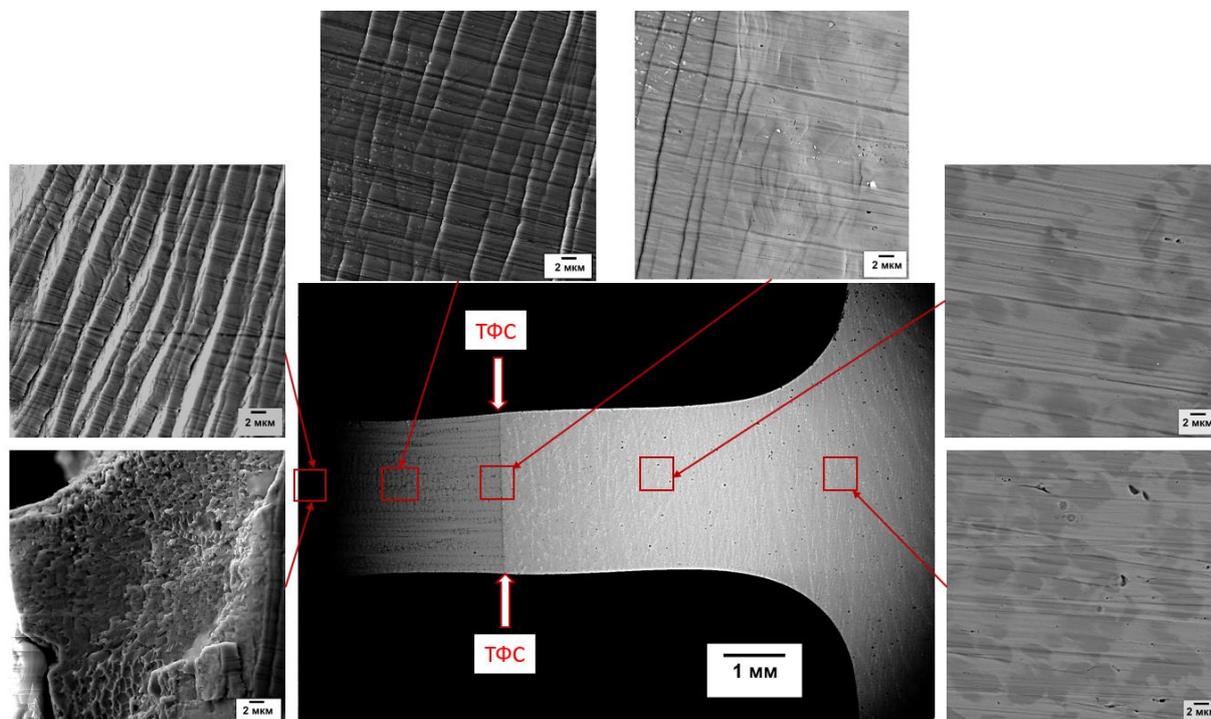


Рисунок 6.14 – Сварной образец ( $T = 1125 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $D_{\gamma_{ЭП975}} 8 \text{ мкм}$ ,  $\epsilon_{ЭП975} = 24\%$ ; вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ ) после испытания растяжением, разрушение произошло по сплаву ВКНА-25

Проведены испытания на растяжение при повышенной температуре (850 °С) сварных образцов, полученных при  $T = 1125 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\epsilon_{ЭП975} = 24\%$ , вакуум  $P = 5 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ . Результаты экспериментов показали, что разрушение произошло по ТФС. Прочность сварных соединений после СД составила  $860 \pm 76 \text{ МПа}$ , а после дополнительной ТО –  $788 \pm 55 \text{ МПа}$ , что соответствует прочности основного материала ВКНА-25 ( $789 \pm 73 \text{ МПа}$ ) при температуре 850 °С.

По результатам механических испытаний установлено, что пластичность во всех изученных сварных образцах составляла 3...16%. Пластичность сварного

соединения повышается с ростом степени деформации. В сварных образцах, подвергнутых ТО, пластичность остается на том же уровне.

### 6.3 Выводы по главе 6

Установлены общие закономерности влияния ТО на изменения микроструктуры и фазового состава в зоне ТФС, а также механические свойства сварных образцов из разноименных сплавов на основе никеля ЭП975//ВКНА-25.

1. Установлено, что при ТО (1200 °С, 6 ч. + 950 °С, 6 ч.) сварных образцов в зоне сварного соединения двух сплавов с разным химическим составом, в результате развития процессов гетеродиффузии образуются встречные диффузионные потоки легирующих элементов, в том числе тугоплавких (W, Mo, Re). ТО приводит к расширению диффузионной зоны в ТФС в 2...4 раза и к более плавному изменению концентрации легирующих элементов при переходе от одного соединяемого материала к другому.

2. Показано, что ТО приводит к существенным изменениям в структуре сплава ЭП975: формируется КЗ структура с размером зерен матричной  $\gamma$ -фазы 130...210 мкм; в теле зерен  $\gamma$ -фазы при старении выделяются дисперсные когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы. Структура сплава ВКНА-25 стабильна и сохраняется монокристаллической. В прослойках  $\gamma$ -фазы происходит выделение упрочняющих наноразмерных частиц  $\gamma'$ -фазы.

3. Установлено, что усовершенствованная методика СД разноименных сплавов в сочетании ЭП975//ВКНА-25 обеспечивает получение качественного ТФС, прочность которого соответствует, а после ТО даже превышает уровень прочности сплава ВКНА-25. Все образцы, полученные СД при температурах 1125 °С и 1175 °С (Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па) при испытании на растяжение при комнатной температуре, разрушились по сплаву ВКНА-25, то есть достигнуты соединения равнопрочные основному материалу.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработаны режимы низкотемпературной ДТО сплавов ЭК61 ( $T=950\dots750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\epsilon=8\dots11$ ) и ЭП975 ( $T=1000\dots950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\epsilon=2,7$ ), обеспечивающие формирование в объемных заготовках УМЗ структуры смешанного типа, включающей УМЗ составляющую ( $\sim 70\dots76\%$ ) с размерами зерен матрицы ( $\gamma$ -фазы) и второй фазы менее 1 мкм и более крупные частицы второй фазы размером до  $2\pm 0,5$  мкм в сплаве ЭК61 и  $4,5\pm 1,2$  мкм в сплаве ЭП975.
2. Сплавы с различным типом упрочняющей фазы ЭК61 ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) и ЭП975 ( $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ) с УМЗ структурами смешанного типа демонстрируют признаки низкотемпературной СП. Максимальные характеристики СП ( $m\geq 0,4$ ,  $\delta>1000\%$ ) наблюдаются в сплаве ЭП975 при  $T=950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а в сплаве ЭК61 при  $T=800$  и  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
3. Впервые показано, что СД в условиях СП деформируемых сплавов ЭК61 и ЭП975 с МЗ или УМЗ структурой является эффективным методом получения ТФС с литыми интерметаллидными сплавами на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  с монокристаллической структурой. При СД вся деформация локализуется в сплавах ЭК61 и ЭП975, а степень деформации интерметаллидных сплавов типа ВКНА не превышает  $1\dots2\%$ . Ширина диффузионной зоны ТФС определяется химическим составом сплавов и условиями СД. Хрупких частиц избыточных фаз в зоне ТФС не обнаружено.
4. Исследованы закономерности формирования градиентных структур в зоне ТФС разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25 в зависимости от температуры СД, степени деформации соединяемого сплава ЭП975 и его исходной микроструктуры. Формирование УМЗ структуры в сплаве ЭП975 позволяет получить ТФС при  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , прочность которого достигает 0,6 от прочности сплава ВКНА-25. Увеличение температуры СД с  $950$  до  $1175\text{ }^{\circ}\text{C}$  и/или степени деформации с 24 до 40% при  $T=1125\text{ }^{\circ}\text{C}$  приводит к формированию ТФС практически без пор, а также расширению диффузионной зоны с 18 мкм до  $30\dots55$  мкм и повышению прочности сварного соединения. Прочность сварных образцов с ТФС, полученных СД при

температурах 1125 и 1175 °С (Вакуум  $P=5 \cdot 10^{-2}$  Па), соответствует интерметаллидному сплаву ВКНА-25, все образцы, испытанные при комнатной температуре, разрушились по сплаву ВКНА-25.

5. Термическая обработка сварных образцов из разноименных сплавов ЭП975//ВКНА-25, по режиму, рекомендованному для сплава ЭП975, приводит к более плавному изменению фазового и химического состава в зоне ТФС, в которой формируется диффузионная зона. Химический состав зоны ТФС промежуточный между соединяемыми сплавами. После термической обработки увеличивается ширина зоны диффузионного взаимодействия в 2...4 раза. Прочность сварных образцов соответствует уровню  $\sim 0,7...1 \sigma_b$  относительно прочности интерметаллидного сплава ВКНА-25 или даже несколько превышает.

6. На основе результатов проведенных исследований разработан способ получения ТФС между интерметаллидными сплавами на основе  $Ni_3Al$  с монокристаллической структурой и деформируемыми сплавами типа ЭП975 в условиях СП. Новизна технического решения защищена патентом Российской Федерации №2608118 «Способ изготовления биметаллического соединения». Разработаны технологические рекомендации Инв. № ТР. 49 ИНЕБ-21 ИПСМ РАН по подготовке УМЗ структуры в сплавах ЭК61 и ЭП975.

**СОКРАЩЕНИЯ**

ЖНС – жаропрочные никелевые сплавы;

СП – сверхпластичность;

КЗ – крупнозернистый;

МЗ – мелкозернистый;

УМЗ – ультрамелкозернистый;

НК – нанокристаллический;

СД – сварка давлением;

ТФС – твердофазное соединение;

ВИК – всесторонняя изотермическая ковка;

ДТО – деформационно-термическая обработка;

ЭДА – энергодисперсионный анализ;

ТО – термическая обработка;

ГТД – газотурбинный двигатель;

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия;

ОМ – оптическая металлография;

РЭМ – растровая электронная микроскопия;

EBSD – electron backscatter diffraction (дифракция обратно-рассеянных электронов) ;

ГЦК – гранецентрированная кубическая;

$T_{пл}$  – температура плавления;

$T_{пр}$  – температура полного растворения.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Кишкин, С. Т. Создание, исследование и применение жаропрочных сплавов : Избранные труды (К 100–летию со дня рождения) / С. Т. Кишкин. – М. : Наука, 2006. – 407 с.
2. Химушин, Ф. Ф. Жаропрочные стали и сплавы / Ф. Ф. Химушин. – М. : Metallurgy, 1969. – 749 с.
3. Симс, Ч. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. / Ч. Симс, Т. Столофф, В. Хагель; в 2–х кн. – пер. с англ. – М. : Metallurgy, 1995. – 568 с.
4. Акса, Е. A review on Superalloys and IN718 nickel–based INCONEL Superalloy / Е. Акса, А. Gursel // Periodicals of engineering and natural sciences. – 2015. – Vol. 3, no. 1. – P. 15–27.
5. Кайбышев, О. А. Сверхпластичность, измельчение структуры и обработка труднодеформируемых сплавов / О. А. Кайбышев, Ф. З. Утяшев. – М. : Наука, 2002. – 438 с.
6. Кайбышев, О. А. Сверхпластичность промышленных сплавов. – М. : Metallurgy, 1984. – 280 с.
7. Мулюков, Р. Р. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технология / Р. Р. Мулюков [и др.]. – М. : Наука, 2014. – 284 с.
8. Логунов, А. В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин / А. В. Логунов – М. : ООО «Издательский дом «Газотурбинные технологии», 2017. – 854 с.
9. Оспенникова, О. Г. Изготовление конструкции типа «Блиск» из разноименного сочетания материалов (Обзор) / О. Г. Оспенникова, В. И. Лукин, А. Н. Афанасьев–Ходыкин, И. А. Галушка // Труды ВИАМ. Жаропрочные стали и сплавы. – 2018. – № 10 (70). – С. 10–16.

10. Магеррамова, Л. А. Применение биметаллических блисков, изготавливаемых методом ГИП из гранулируемых и литейных никелевых суперсплавов, для увеличения надежности и ресурса газовых турбин / Л. А. Магеррамова // Вестн. УГАТУ. – 2011. – Т. 15, № 4 (44). – С. 33–38.
11. Jozwik, P. Applications of Ni<sub>3</sub>Al based intermetallic alloys—current stage and potential perspectives / P. Jozwik, W. Polkowski, Z. Wojar // Materials. – 2015. – № 8. – P. 2537–2568.
12. Каблов, Е. Н. Основные направления развития материалов для авиакосмической техники XXI века // Перспективные материалы. – 2000. – № 3. – С. 27–36.
13. Каблов, Е. Н. Литейные конструкционные сплавы на основе алюминидов никеля / Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, О. А. Базылева // Двигатель. – 2010. – № 4. – С. 22–25.
14. Ночовная, Н. А. Интерметаллидные сплавы на основе титана и никеля / Н. А. Ночовная, О. А. Базылева, Д. Е. Каблов, П. В. Панин; под ред. Е. Н. Каблова. – М. : ВИАМ, 2018. – 308 с.
15. Лутфуллин, Р. Я. Сверхпластическая деформация – основа для разработки структурно–контролируемых технологических процессов соединения материалов в твердом состоянии / Р. Я. Лутфуллин // Труды Международной научной конференции «Современное состояние теории и практики сверхпластичности материалов», Уфа. – 2000. – С. 67–74.
16. Колачев, Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, В. И. Елагин. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с.
17. Каблов, Е. Н. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения / Е. Н. Каблов, Н. В. Петрушин, И. Л. Светлов, И. М. Демонис // 80 лет. Авиационные материалы и технологии. – 2012. – С. 11–21.
18. Ломберг, Б. С. Жаропрочные деформируемые сплавы для дисков ГТД и перспективы их развития / Б. С. Ломберг // Авиационная промышленность. – 1984. – № 5.

19. Pollock, T. M. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure, and properties / T. M. Pollock, S. Tin // *J. Propul. Power.* – Vol. 22, no. 2. – P. 361–374.
20. Sharpe, H. J. Effect of microstructure on high-temperature mechanical behavior of nickel-base superalloys for turbine disc applications / H. J. Sharpe, A. Saxena // *Adv. Mat. Res.* – 2011. – Vol. 278. – P. 259–264.
21. Reed, R. C. *The superalloys fundamentals and applications* / R. C. Reed – Cambridge; New York: Cambridge University Press, 2006. – 372 p.
22. Ломберг, Б. С. Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей / Б. С. Ломберг, С. В. Овсепян, М. М. Бакрадзе, М. Н. Летников, И. С. Мазлов // *Авиационные материалы.* – 2017. – С. 116–129.
23. Zhang, Q. Study of microstructure of Nickel-based superalloys at high temperatures / Q. Zhang, Y. Chang, L. Gu, Y. Luo, B. Ge // *Scripta Mater.* – 2017. – Vol. 126. – P.55–57.
24. Ломберг, Б. С. Высокотемпературные жаропрочные никелевые сплавы для деталей газотурбинных двигателей / Б. С. Ломберг, С. В. Овсепян, М. М. Бакрадзе, И. С. Мазлов // 80 лет. Авиационные материалы и технологии: юбил. науч.–технич. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии»). М. : ВИАМ. – 2012. – С. 52–57.
25. Henderson, M. B. Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications / M. B. Henderson, D. Arrell, R. Larsson, M. Heobel, G. Marchant // *Science Technology of Welding and Joining.* – 2004. – Vol. 9, no. 1. – P. 13–21.
26. Оспенникова, О. Г. Тенденции создания жаропрочных никелевых сплавов низкой плотности с поликристаллической и монокристаллической структурой (обзор) // *Авиационные материалы и технологии.* – 2016. – V. 40, № 1. – С. 3–19.
27. Каблов, Е. Н. Физико-химические и технологические особенности создания жаропрочных сплавов, содержащих рений // *Вестник Московского университета. Серия 2. Химия.* – 2005. – Т. 46, № 3. – С. 155–167.

28. Поварова, К. Б. Особенности кристаллизации и структурно–фазового состояния сплавов системы  $Ni_3Al-Ni-NiAl$ , легированных хромом, молибденом, вольфрамом, рением и кобальтом / К. Б. Поварова [и др.] // *Металлы*. – 2020. – № 3. – С. 41–50.
29. Морозова, Г. И. Особенности структуры и фазового состава высокорениевого никелевого жаропрочного сплава / Г. И. Морозова, О. Б. Тимофеева, Н. В. Петрушин // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2009. – № 2.
30. Каблов, Е. Н. Жаропрочность никелевых сплавов / Е. Н. Каблов, Е. Р. Голубовский. – М. : Машиностроение, 1998. – 464 с. ISBN 5–217–02–883–1.
31. Хрящев, И. И. Разработка экономнолегированного никелевого жаропрочного сплава для монокристаллического литья рабочих лопаток ГТД : дис. ... канд. тех. наук : 05.16.01 / Хрящев Илья Игоревич. – М., 2017. – 145 с.
32. Гуляев, А. П. Перспективы развития жаропрочных сплавов / А. П. Гуляев, С. Б. Масленков // *Структура и свойства жаропрочных металлических материалов*. – М. : Наука, 1973. – С. 29–41.
33. Захаров, М. В. Жаропрочные сплавы / М. В. Захаров, А. М. Захаров. – М. : *Металлургия*, 1972. – 384 с.
34. Хирт, Дж. Теория дислокаций / Дж. Хирт, И. Лоте. – М. : Атомиздат, 1972. – 600 с.
35. Масленков, С. Б. Стали и сплавы для высоких температур / С. Б. Масленков, Е. А. Масленкова. – М.: *Металлургия*, 1991. – 389 с.
36. Гессингер, Г. Х. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов; пер. с англ. – Челябинск : *Металлургия. Челябинское отделение*, 1988. – 320 с.
37. Гарибов, Г. С. Перспективы производства авиационно–космических материалов и процессы их обработки в начале XXI века / Г. С. Гарибов, Р. Н. Сизова, Ю. А. Ножницкий, Л. С. Буславский // *Технология легких сплавов*. – 2002. – № 4. – С. 106–117.
38. Saunders, N. Modelling the material properties and behaviour of Ni–based superalloys / N. Saunders, Z. Guo, X. Li, A. P. Miodownik, J–Ph. Schillé // *The Minerals, Metals and Materials Society*. – 2004. – P. 849–858.

39. Валитов, В. А. Формирование нанокристаллической структуры при интенсивной деформационно–термической обработке и ее влияние на сверхпластические свойства никелевого сплава с неизоморфными выделениями второй фазы / В. А. Валитов, Ш. Х. Мухтаров, Ю. А. Раскулова // Физика металлов и металловедение. – 2006. – Т. 102, № 1. – С. 105–113.
40. Петрушин, Н. В. Исследование влияния размерного несоответствия периодов решеток  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз на характеристики жаропрочности дисперсионно–твердеющих никелевых сплавов / Н. В. Петрушин, И. А. Игнатова, А. В. Логунов, А. И. Самойлов, И. М. Разумовский // Металлы. – 1981. – № 6. – С. 153–159.
41. Герчикова, Н. С. Кинетика структурных изменений в никельхромовых жаропрочных сплавах в условиях старения, ползучести и эксплуатации / Н. С. Герчикова, С. Т. Кишкин, Г. Н. Кораблева, Э. В. Поляк // Электронно–микроскопические исследования структуры жаропрочных сплавов и сталей. – М. : Металлургия, 1969. – С. 5–19.
42. Шлямнев, А. П. Коррозионностойкие, жаростойкие и высокопрочные стали и сплавы : Справочник / А. П. Шлямнев [и др.]. – М. : Проммет–сплав, 2008. – 336 с.
43. Дисперсионно–твердеющий свариваемый сплав на основе никеля [Текст] : пат. 99111620 Рос. Федерация : МПК, С22С 19/05 (2000.01) / Ю. А. Пестов, В. Н. Семенов, В. И. Новиков, Б. А. Козыков, К. И. Недашковский, Е. А. Кукин, Г. Г. Деркач, Ю. В. Мовчан, Б. И. Каторгин, В. К. Чванов, Н. А. Сорокина, В. П. Степанов, Л. С. Булавина, Ю. И. Русинович, И. А. Расторгуева, В. П. Пономарева ; заявитель и патентообладатель ОАО «Научно–производственное объединение энергетического машиностроения им. академика В. П. Глушко ; –N 99111620/02 ; заявл. 02.06.99, опубл. 27.04.01.
44. Полянский, А. М. Структурные изменения в сплаве ЭЖ–61 в условиях циклической деформации при повышенной температуре / А. М. Полянский, В. М. Полянский // Новости Материаловедения. Наука и техника. – 2015. – № 6. – С. 44–53.
45. Лукин, В. И. Особенности технологии сварки трением соединений из сплавов ВКНА–25 и ЭП975 / В. И. Лукин, В. Г. Ковальчук, М. Л. Саморуков, Ю. М.

- Гриднев, И. П. Жегина, Л. В. Котельникова // Сварочное производство. – 2010. – № 5. – С. 28–33.
46. Патон, Б. Е. Жаропрочность литейных никелевых сплавов и защита их от окисления / Б. Е. Патон, Г. Б. Строганов, С. Т. Кишкин [и др.]. – Киев. : Наук. Думка, 1987. – 256 с.
47. Петрушин, Н. В. Литейные жаропрочные никелевые сплавы / Н. В. Петрушин, И. Л. Светлов, О. Г. Оспенникова // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2012. – № 5.
48. Гринберг, Б. А. Интерметаллиды  $Ni_3Al$ : микроструктура, деформационное поведение / Б. А. Гринберг, М. А. Иванов. – Екатеринбург, 2002. – 359 с.
49. Поварова, К. Б. Особолегкие жаропрочные наноструктурированные сплавы на основе  $Ni_3Al$  для авиационного двигателестроения / К. Б. Поварова, В. П. Бунтушкин, Н. К. Казанская, А. А. Дроздов, О. А. Базылева // Вопросы материаловедения. – 2008. – № 2.
50. Deevi, S. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications / S. Deevi, V. Sikka // Intermetallics. – 1996. – № 4. – P. 357–375.
51. Каблов, Е. Н. Особенности легирования и термообработка жаропрочных никелевых сплавов. Часть II. / Е. Н. Каблов, А. В. Логунов, В. В. Сидоров // Материаловедение. – 2001. – № 4.
52. Оспенникова, О. Г. Создание интерметаллидных никелевых сплавов и композиционных материалов на их основе / О. Г. Оспенникова, О. А. Базылева, Э. Г. Аргинбаева, А. В. Шестаков, Е. Ю. Туренко // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. – 2017. – № 3. – С. 75–89.
53. URL: <https://www.viam.ru/review/2942>.
54. Поварова, К. Б. Влияние способа получения монокристаллов сплавов на основе  $Ni_3Al$  на макро– и микрооднородность распределения компонентов, структуру и свойства / К. Б. Поварова, А. А. Дроздов, О. А. Базылева, Ю. А. Бондаренко, М. А. Булахтина, Э. Г. Аргинбаева, А. В. Антонова, А. Е. Морозов, Д. Г. Нефедов // Металлы. – 2014. – № 3. – С. 40–51.

55. Поварова, К. Б. Термостабильность структуры сплава на основе  $Ni_3Al$  и их применение в рабочих лопатках малоразмерных ГТД / 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*. – 2003. – № 3. – С. 95–100.
56. Поварова, К. Б. Исследование малоциклового усталости при комнатной температуре сплава на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  типа ВКНА–25 / К. Б. Поварова, О. А. Базылева, А. А. Дроздов, Н. А. Аладьев, М. А. Самсонова // *Металлы*. – 2012. – № 6. – С. 70–82.
57. Каблов, Е. Н. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных и интерметаллидных сплавов с монокристаллической структурой / Е. Н. Каблов, Ю. А. Бондаренко, А. Б. Ечин, В. А. Сурова, Д. Е. Каблов // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана*. – 2011. – № 4 (Спецвыпуск). – С. 20–25.
58. Поварова, К. Б. Конструкционные жаропрочные сплавы на основе  $Ni_3Al$ : получение, структура и свойства / К. Б. Поварова, О. А. Базылева, А. А. Дроздов, Н. К. Казанская, А. Е. Морозов, М. А. Самсонова // *Материаловедение*. – 2011. – № 4. – С. 39–48.
59. Sikka, V.K. Processing and operating experience of  $Ni_3Al$ -based intermetallic alloy IC – 221M / V. K. Sikka, M. L. Santella, J. E. Orth // *Materials Science and Engineering A*. – 1997. – Vol. 239 – 240. P. 564 – 569.
60. Диаграммы состояния двойных металлических систем : том 3 : книга 2 / ред. Н.П. Лякишев [и др.]. – М. : Машиностроение, 2000. – 448 с.
61. Hilpert, K. Phase Diagram Studies on the Al–Ni Sistem / K. Hilpert, D. Kobertz, V. Venugopal, M. Miller, H. Gerads, F. J. Bremer, H. Nickel // *Z. Naturforsch.* – 1987. – B.42A. – P. 1327–1332.
62. Каблов, Е. Н. Материалы для высокотеплонагруженных деталей газотурбинных двигателей / Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, О. А. Базылева // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана*. – 2011. – № 4 (Спецвыпуск). – С. 13–19.
63. Базылева, О. А. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы / О. А. Базылева, Э. Г. Аргинбаева, Е. Ю. Туренко // *80 лет. Авиационные материалы и технологии*. – 2012. – № 5. – С. 57–60.

64. Валитов, В. А. Сверхпластичность жаропрочных никелевых сплавов с микро-, субмикро- и нанокристаллической структурой и перспективы ее использования для получения сложнопрофильных деталей / В. А. Валитов // Тяжелое машиностроение. – 2007. – № 4. – С. 23–28.
65. Valitov, V. A. Low temperature and high strain-rate superplasticity of Nickel base alloys / V. A. Valitov, O. A. Kaibyshev, Sh. Kh. Mukhtarov, B. P. Bewlay, M. F. X. Gigliotti // International Conference On Superplasticity In Advanced Materials Orlando, USA. – 2001. – P. 417–424.
66. Kawasaki, M. Superplasticity in ultrafine-grained materials / M. Kawasaki, T. G. Langdon // Rev. Adv. Mater. Sci. – 2018. – 54. – P. 46–55.
67. Langdon, T. G. The physics of superplastic deformation / T. G. Langdon // Materials Science and Engineering A. – 1991. – V. 137. – P. 1–11.
68. Новиков, И. И. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном / И. И. Новиков, В. К. Портной. – М. : Metallurgiya, 1981. – 167 с.
69. Гибсон, Р. К. Железохромоникелевые сплавы со структурой "микродуплекс" / Р. К. Гибсон, Дж. Х. Брофи / Сверхмелкое зерно в металлах. – Пер. с англ. – М. : Metallurgiya, 1973. – С. 347–363.
70. Кайбышев, О. А. Влияние содержания  $\gamma'$ -фазы на режимы подготовки структуры и сверхпластичность жаропрочных никелевых сплавов / О. А. Кайбышев, Ф. З. Утяшев, В. А. Валитов // МиТОМ. – 1989. – № 7. – С. 40–44.
71. Фаткуллин, О. Х. Повышение пластичности (вплоть до сверхпластичности) гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов / О. Х. Фаткуллин, В. И. Ермеенко, О. Н. Власова, В. Г. Складенко // Технология легких сплавов. – 2002. – № 4.
72. McFadden, S. X. Low-temperature superplasticity in nanostructured Nickel and metal alloys / S. X. McFadden, R. S. Mishra, R. Z. Valiev, A. P. Zhilyaev, A. K. Mukherjee // Letters to Nature. – 1999. – V. 398. – P. 684–686.
73. Валитов, В. А. Деформационно-термическая обработка – эффективный метод получения ультрамелкозернистой инанокристаллической структуры в

- никелевых сплавах / В. А. Валитов // Письма о материалах. – 2013. – Т. 3. – С. 50–55.
74. Валитов, В. А. Сверхпластичность жаропрочного никелевого сплава с субмикроструктурной структурой / В. А. Валитов, Г. А. Салищев, Ш. Х. Мухтаров // Известия РАН, Металлы. – 1994. – № 3. – С. 127–131.
75. Athey, R. L. Progress report on the gatorising TM forging process / R. L. Athey, J. B. Moore // National Aerospace Engineering and Manufacturing meeting Los Angeles. – 1975. – P. 1–11.
76. Fabrication Method for the High Temperature Alloys [Текст] : пат. 3519503 США : B21K3/04 Int. Cl. C22f 1/18 U.S. Cl. 148--11.5 14/ Moore J. B., Tequesta J. Athey R. L. ; заявитель и патентообладатель United Aircraft Corporation, East Hartford, C-onn., a corporation of Delaware No Drawing. 692,705 ; заявл. 22.12.67 ; опубл. 07.07.70.
77. Мулюков, Р. Р. Развитие принципов получения и исследования объемных наноструктурных материалов в ИПСМ РАН // Российские нанотехнологии. – 2007. – № 7–8. – С. 38–53.
78. Утяшев, Ф. З. Современные методы интенсивной пластической деформации / Ф. З. Утяшев. – Уфа: УГАТУ, 2008. – 313 с.
79. Валиев, Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 397 с.
80. Рааб, Г. И. Перспективные методы ИПД для получения наноструктурированных металлических материалов / Г. И. Рааб, В. Г. Шибиков, А. Г. Рааб // Materials Physics and Mechanics. – 2016. – 25. – P. 77–82.
81. Valitov, V. A. Severe thermomechanical processing as an effective method for the preparation of bulk and sheet nanostructured semifinished products from nickel Alloys 718 and 718Plus / V. A. Valitov, R. R. Mulyukov, M. F. X. Gigliotti, P. R. Subramanian // Proc. of the Conference “Superalloys 2008”, / In Book «Superalloys 2008» by Roger C. Reed, Kenneth A. Green, Pierre Caron, Timothy P. Gabb, Michael G. Fahrman, Eric S. Huron, and Shiela A. Woodard, editors. – TMS. – 2008. – P.325-332. – 1662–9752.

82. Способ обработки дисперсионно–твердеющих сплавов на основе никеля [Текст] : пат. Рос. Федерация: МПК С22F 1/10 (1995.01) / О. А. Кайбышев, В. А. Валитов, Г. А. Салищев ; заявитель и патентообладатель Институт проблем сверхпластичности металлов РАН. – N 5038963/02 ; заявл. 21.04.92 ; опубл. 09.08.95.
83. Valitov, V. A. Evolution of microstructure during low temperature superplastic deformation of bulk nanostructured Ni–Cr–Fe–Nb superalloy / V. A. Valitov, S. K. Mukhtarov, A. P. Zhilyaev, O. A. Ruano // *Rev. Adv. Mater. Sci.* – 2010. – 25. – P. 148–154.
84. Valitov, V. A. Formation of nanocrystalline structure upon severe thermomechanical processing and its effect on the superplastic properties of nickel base alloys / V. A. Valitov // *Вопросы материаловедения.* – 2007. – Т. 52. – № 4. – С. 311–316.
85. Valitov, V. A. Production of large–scale microcrystalline forgings for roll forming of axially symmetric Alloy 718 components // V. A. Valitov, O. A. Kaibyshev, Sh. Kh. Mukhtarov, B. P. Bewlay, C. U. Hardwicke, M. F. X. Gigliotti // *5th Intl Special Emphasis Symposium On Superalloys 718, 625, 706 & Derivatives.* 17–20 June 2001, Pittsburgh, USA. – 2001. – P. 301–311.
86. Утяшев, Ф. З. Термомеханические режимы получения ультрамелкозернистых структур в жаропрочных никелевых сплавах / Ф. З. Утяшев, В. А. Валитов // *Технология легких сплавов.* – 1989. – № 2. – С. 63–67.
87. Утяшев, Ф. З. Моделирование процесса деформации с целью получения ультрамелкозернистой структуры в полуфабрикатах из жаропрочных никелевых сплавов / Ф. З. Утяшев, В. Ю. Чернов, В. Г. Рыжков, В. А. Валитов // *Технология легких сплавов.* – 1991. – № 8. – С. 5–8.
88. Valitov, V. A. Formation of microcrystalline structures and superplastic properties of nickel based alloys / V. A. Valitov, F. Z. Utyashev, Sh. Kh. Mukhtarov / *Proceeding of the 2nd International Conference "Towards Innovation in Superplasticity".* – *Mater. Sci. Forum.* – 1999. – Vols. 304–306. – P. 79–84.

89. Способ получения изделий из жаропрочных никелевых сплавов [Текст] : пат. 2661524 Рос. Федерация: МПК С22/Ф 1/10, В21J 5/00 / Е. Н. Каблов, Н. В. Моисеев, Б. С. Ломберг, М. М. Бакрадзе, Б. Р. Некрасов, С. В. Выдумкина, А. В. Скугорев ; заявитель и патентообладатель ФГУП ВИАМ. – N 2017125067 ; заявл. 13.07.17 ; опубл. 17.07.18, Бюл. N 20. – 8 с.
90. Каблов, Е. Н. Комплексная инновационная технология изотермической штамповки на воздухе в режиме сверхпластичности дисков из жаропрочных сплавов / Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, Б. С. Ломберг // 80 лет. Авиационные материалы и технологии. – 2012. – С. 283–288.
91. Валитов, В. А. Влияние сверхпластической деформации и термической обработки на структуру и свойства дисков ГТД из гетерофазных никелевых сплавов / В. А. Валитов, Р. Р. Мулюков, Б. С. Ломберг, О. Г. Оспенникова, С. В. Овсепян, Ф. З. Утяшев, М. В. Бубнов // Сборник материалов конференции. Современные жаропрочные деформируемые никелевые и интерметаллидные сплавы, методы их обработки. ФГУП ВИАМ. – 2015. – С. 3.
92. Способ изготовления осесимметричных деталей и способы изготовления заготовок из многофазных сплавов для его осуществления (варианты) [Текст] : пат. 2119842 Рос. Федерация: МПК В21К 1/32, С22F 1/10 / Ф. З. Утяшев, О. А. Кайбышев, В. А. Валитов ; заявитель и патентообладатель Институт проблем сверхпластичности металлов РАН. – N 96112649/02 ; заявл. 21.06.96 ; опубл. 10.10.98.
93. Способ изготовления осесимметричных деталей типа дисков [Текст] : пат. 2548349 Рос. Федерация: МПК В21К 1/32, С22F 1/18, В21Н 1/02 / В. А. Валитов, Г. Ф. Ганиев, Р. Р. Мулюков, Ш. Х. Мухтаров, А. А. Назаров, Р. Ю. Сухоруков, Ф. З. Утяшев ; заявитель и патентообладатель Институт проблем сверхпластичности металлов РАН. – N 2013128860/02 ; заявл. 24.06.13 ; опубл. 20.04.15, Бюл. N 11. – 21 с.
94. Valitov, V. A. Microstructure and properties of nanostructured Alloy 718 / V. A. Valitov, Sh. Kh. Mukhtarov, R. Ya. Lutfullin, R. V. Safiullin, M. Kh. Mukhametrakhimov // Adv. Mat. Res. – 2011. – 278. – P. 283–288.

95. Салищев, Г. А. Сверхпластичность дисперсно–упрочненного никелевого сплава с субмикроструктурной структурой / Г. А. Салищев, В. А. Валитов, А. Б. Борзов, Е. В. Иванова, Ш. Х. Мухтаров // Известия ВУЗов. Черная Metallургия. – 2002. – № 2. – С. 36–41.
96. Ганеев, А. А. Влияние деформационно–термической обработки на формирование градиентной структуры и механических свойств в диске из гранульного никелевого сплава / А. А. Ганеев, В. А. Валитов, Ф. З. Утяшев, В. М. Имаев // Физика металлов и металловедение. – 2019. – Т. 120, № 4. – С. 442–448.
97. Mitchell, R. J. Process development & microstructure & mechanical property evaluation of a dual microstructure heat treated advanced Nickel disc alloy / R. J. Mitchell [et al.] // TMS. – 2008. – P. 347–356.
98. Валитов, В. А. Сварка давлением в состоянии сверхпластической деформации никелевого сплава Inconel 718 // В. А. Валитов, Р. Я. Лутфуллин, Ш. Х. Мухтаров, М. Х. Мухаметрахимов // Перспективные материалы. – 2004. – № 6. – С. 78–83.
99. Валитов, В. А. Сверхпластичность сплава Inconel 718 с субмикроструктурной структурой / В. А. Валитов, Р. В. Сафиуллин, Ш. Х. Мухтаров // Перспективные материалы. – 2007. – № 4. – С. 53–58.
100. Оспенникова, О. Г. Технология высокотемпературной пайки конструкции типа «БЛИСК» из разноименных сплавов / О. Г. Оспенникова, В. И. Лукин, А. Н. Афанасьев–Ходыкин, И. А. Галушка // Труды ВИАМ. – 2019. – № 9 (81). – С. 26–37.
101. Магеррамова, Л. А. Биметаллические блиски турбин с бандажированными лопатками для газотурбинных двигателей / Л. А. Магеррамова, Б. Е. Васильев // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2015. – № 6. – С. 143–156.
102. Лукин, В. И. Сварка плавлением – основа сварочного производства / В. И. Лукин, В. Г. Ковальчук, Е. Н. Иода // Авиационные материалы и технологии. – 2017. – № 5. – С. 130–143.

103. Сорокин, Л. И. Классификация жаропрочных никелевых сплавов по их стойкости против образования трещин при термической обработке сварных соединений / Л. И. Сорокин, В. И. Тупикин // Автоматическая сварка. – 1985. – № 5 (386). — С. 23–25.
104. Справочник по пайке / Петрунин И. Е. [и др.]. – 3-е изд. перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 2003. – 480 с.
105. Способ диффузионной пайки ротора ГТД конструкции "блиск" из жаропрочных никелевых сплавов [Текст] : пат. 2414350 Рос. Федерация: МПК В29К 35/00 / О. Г. Оспенникова, В. С. Рыльников, В. И. Лукин, А. Н. Афанасьев–Ходыкин, А. Ф. Черкасов, М. А. Голубев ; заявитель и патентообладатель ФГУП ВИАМ. – N 2009136680/05 ; заявл. 06.10.09 ; опубл. 20.03.11, Бюл. N 8. – 6 с.
106. Li, W. Study of Ni–Cr–Co–W–Mo–B interlayer alloy and its bonding behaviour for a Ni–base single crystal superalloy / W. Li, T. Jin, X. F. Sun, Y. Guo, H. R. Guan, Z. Q. Hu // Scripta Mater. – 2003. – 48. – P.1283–1288.
107. Pouranvari, M. Microstructure development during transient liquid phase bonding of GTD–111 nickel–based superalloy / M. Pouranvari, A. Ekrami, A. H. Kokabi // J. Alloy. Compd. – 2008. – 461. – P. 641–647.
108. Ola, O. T. A study of linear friction weld microstructure in single crystal CMSX–486 superalloy / O. T. Ola, O. A. Ojo, P. Wanjara, M. C. Chaturvedi // Metall. Mater. Trans. A. – 2012. – 43. – P. 921–933.
109. Ma, T. Microstructure evolution in a single crystal nickel–based superalloy joint by linear friction welding / T. Ma, M. Yan, X. Yang, W. Li, Y. J. Chao // Mater. Design. – 2015. – 85. – P. 613–617.
110. Ola, O. T. Crack–Free welding of IN 738 by linear friction welding / O. T. Ola, O. A. Ojo, P. Wanjara, M. C. Chaturvedi // Advanced Materials Research. – 2011. – 278. – P. 446–453.
111. Бычков, В. М. Исследование свариваемости жаропрочного никелевого сплава ЭП742 Методом линейной сварки трением / В. М. Бычков [и др.] // Вестник УГАГУ. – 2012. – Т. 16, № 7 (52). – С. 112–116.

112. Smith, M. Mechanical properties and microstructural evolution of in-service Inconel 718 superalloy repaired by linear friction welding / M. Smith, L. Bichler, J. Gholipour, P. Wanjara // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2017. – V. 90. – P. 1931–1946.
113. Huang, Z. Characterization of the weld line zones of an inertia friction welded superalloy / Z. Huang, H. Li, G. Baxter, S. Bray, P. Bowen // *Adv. Mat. Res.* – 2011. – 278. – P. 440–445.
114. Roder, O. Mixed Inconel Alloy 718 inertia welds for rotating applications – microstructures and mechanical properties / O. Roder, D. Helm, S. Neft, J. Albrecht, G. Luetjering // *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*. – 2005. – P. 649–658.
115. Казаков, Н. Ф. Диффузионная сварка в вакууме / Н. Ф. Казаков. – М. : Машиностроение, 1968. – 331 с.
116. Chandler, W. T. Superplastic forming and diffusion bonding of Inconel 718 / W. T. Chandler, A. K. Ghosh, W. M. Mahoney // *Journal of Spacecraft and Rockets*. – 1984. – V. 21, № 1. – P. 61–64.
117. Каракозов, Э. С. Сварка металлов давлением / Э. С. Каракозов. – М. : Машиностроение, 1986. – 280 с.
118. Мусин, Р. А. Диффузионная сварка жаропрочных сплавов / Р. А. Мусин, В. Н. Анциферов, В. Ф. Квасницкий. – М. : Metallurgy, 1979. – 208 с.
119. Шалимов, М. П. Сварка вчера, сегодня, завтра (введение в специальность): учебное пособие / М. П. Шалимов, В. И. Панов. – Екатеринбург : Изд-во УГТУ–УПИ, 2006.
120. Конюшков, Г. В. Специальные методы сварки давлением / Г. В. Конюшков, Р. А. Мусин. – Саратов : Ай Пи Эр Медиа, 2009. – 632 с.
121. Люшинский, А. В. Диффузионная сварка разнородных материалов / А. В. Люшинский. – М. : Академия, 2006. – 208 с.
122. Лариков, Л. Н. Диффузионные процессы в твердой фазе при сварке / Л. Н. Лариков, В. Р. Рябов, В. М. Фальченко. – М. : Машиностроение, 1975. – 192 с.

123. Li, J. Microstructure and mechanical properties of diffusion bonded single crystal to polycrystalline Ni-based superalloys joint / J. Li, J. Cao, X. Lin, X. Song, J. Feng // Mater. Design. – 2013. – 49. – P. 622–626.
124. Shirzadi, E. New method to diffusion bond superalloys / E. Shirzadi, Wallach // Sci. Technol. Weld. Joi. – 2004. – 9. – P. 37–40.
125. Siefert, J. Weldability and weld performance of candidate nickel based superalloys for advanced ultrasupercritical fossil power plants. Part II: weldability and cross-weld creep performance / J. Siefert, J. Shingledecker, J. DuPont, S. David // Sci. Technol. Weld. Joi. – 2016. – 21. – P. 396–427.
126. Люшинский, А. В. Диффузионная сварка жаропрочных сплавов на никелевой основе. / А. В. Люшинский, Е. В. Николич, А. А. Жлоба, С. В. Харьковский // Сварочное производство. – 2014. – № 5. – С. 25–28.
127. Hamilton, C. H. Pressure requirements for diffusion bonding titanium, science and technology / C. H. Hamilton // Proc. of the Second International Conference, Plenum Press, New York. – 1973. – V. 1. – P. 625–647.
128. Maehara Y. Principles of superplastic diffusion bonding / Y. Maehara, Y. Komizo, T. Langdon // Mater. Sci. Technol. – 1988. – V. 4. – P. 669–674.
129. Кривошей, А. В. К вопросу о формировании соединения при диффузионной сварке одноименных и взаиморастворимых металлов / А. В. Кривошей // Сварочное производство. – 1969. – № 9. – С. 48–50.
130. Zhang, G. Solid state diffusion bonding of Inconel 718 / G. Zhang, R. S. Chandel, H. P. Seow // Sci. Technol. Weld. Joi. – 2001. – V. 6. – № 4. – P. 235–239.
131. Kaibyshev, O. On the model of solid state joint formation under superplastic forming conditions / O. Kaibyshev, R. Safiullin, R. Lutfullin, V. Astanin // J. Mater. Eng. Perform. – 1999. – 8. – P. 205–210.
132. Кайбышев, О. А. Механизм формирования твердофазного соединения в состоянии сверхпластичности / О. А. Кайбышев, Р.Я. Лутфуллин, В. К. Бердин // Доклады Академии наук СССР. – 1991. – Т. 319, № 3. – С. 615–618.

133. Lutfullin, R. Solid-phase joint formation in Ti-6Al-4V alloy under conditions of low temperature superplasticity / R. Lutfullin, M. Mukhametrakhimov // *Rev. Adv. Mater. Sci.* – 2010. – 25. – P. 142–147.
134. Валитов, В. А. Низкотемпературная сверхпластичность никелевого сплава Inconel 718 с субмикроструктурной структурой / В. А. Валитов, Р. Я. Лутфуллин, Р. В. Сафиуллин, Ш. Х. Мухтаров, М. Х. Мухаметрахимов // *Материаловедение.* – 2009. – № 4. – С. 24–27.
135. Лутфуллин, Р. Я. Сверхпластичность и твердофазное соединение наноструктурированных материалов. Часть I. Влияние размера зерна на твердофазную свариваемость сверхпластичных сплавов / Р. Я. Лутфуллин // *Письма о материалах.* – 2011. – Т. 1. – С. 59–64.
136. Шоршоров, М. Х. Сварка титановых сплавов OT4, BT6 и BT15 в твердом состоянии в режиме сверхпластичности / Шоршоров М.Х. [и др.] // *Сварочное производство.* – 1975. – № 11. – С. 20–21.
137. Лутфуллин, Р. Я. Наноструктурирование и твердофазная сварка труднообрабатываемых сплавов / Р. Я. Лутфуллин, М. Х. Мухаметрахимов, В. А. Валитов, Ш. Х. Мухтаров, П. А. Классман, В. В. Астанин // *Перспективные материалы.* – 2011. – № 12. – С. 295–300.
138. Лутфуллин, Р. Я. Сварка давлением при изготовлении сферических сосудов из титановых сплавов в состоянии сверхпластичности / Р. Я. Лутфуллин, А. А. Круглов, М. Х. Мухаметрахимов, О. Р. Валиахметов // *Сварочное производство.* – 2004. – № 3. – С. 17–23.
139. Kaibyshev, O. A. The nature of solid state joint formation under superplasticity and some practical application of this phenomenon, superplasticity and superplastic forming / O. A. Kaibyshev, R. Ya. Lutfullin, R. V. Safiullin // *Las Vegas, USA.* – 1995. – P. 241–249. – ISSN 1059–9495.
140. Kaibyshev, O. A. / O. A. Kaibyshev, R. Ya. Lutfullin, V. K. Berdin // *Acta Metall. Mater.* – 1994. – 42 (8). – P. 2609–2615.

141. Голубев, В. Н. Влияние структуры жаропрочного никелевого сплава ЖС6У на его свариваемость в твердом состоянии / В. Н. Голубев, Ф. Ш. Шарифьянов, А. В. Власова // Автоматическая сварка. – 1985. – № 2. – С. 13–16.
142. Красулин, Ю. Л. О механизме образования соединения разнородных материалов в твердом состоянии / Ю. Л. Красулин, М. Х. Шоршоров // Физика и химия обработки материалов. – 1967. – № 1. – С. 89–97.
143. Jaseliunaite, J. Kinetic modeling of grain boundary diffusion: the influence of grain size and surface processes / J. Jaseliunaite, A. Galdikas // Materials (Basel). – 2020. – 13(5). – P. 1051.
144. Николаев, Г. А. Сварка в машиностроении: Справочник. / Г. А. Николаев. – Машиностроение, 1974. – 1 т.
145. Гельман, А. С. Основы сварки давлением / А. С. Гельман. – М. : Машиностроение, 1970. – 312 с.
146. Sopousek, J. Experimental and theoretical study of redistribution of alloying elements in Ni-based weld joints at high temperatures / J. Sopousek, J. Bursík, P. Broz // Intermetallics. – 2005. – 13. – P. 872–878.
147. Pilling J. The kinetics of isostatic diffusion bonding in superplastic materials, Mater. Sci. Eng. – 1988. – 100. – P. 137–144.
148. Бачин, В. А. Оборудование и технология диффузионного соединения металлических и неметаллических материалов / В. А. Бачин [и др.]. – Машиностроение, 1991. — 352 с.
149. Рябов, В. А. Сварка алюминия и его сплавов с другими металлами / В. А. Рябов. – Киев : Наукова Думка, 1983. – 261 с.
150. Zhihuan, L. The experimental research of the diffusion processes during cold welding / L. Zhihuan, K. Shijiang, L. Zhiquang // Trans. China Weld. Ins. – 1991. – V. 12. – № 1. – P. 7–12.
151. Kusabiraki, K. / K. Kusabiraki, X.-M. Zhang, O. Takayuki // ISIJ Int. – 1995. – 35 (9). – P. 1115–1120.
152. Ломберг, Б. С. Современные деформируемые жаропрочные сплавы / Б. С. Ломберг, С. В. Овсепян, В. Б. Латышев // Труды международной научно–

технической конференции «Научные идеи С. Т. Кишкина и современное материаловедение», 25–26 апреля 2006. – М. : ВИАМ. – 2006. – 378 с.

153. Овсепян, С. В. Термическая обработка деформируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД / С. В. Овсепян, Б. С. Ломберг, М. М. Бакрадзе, М. Н. Летников // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2011. – № 4 (Спецвыпуск). – С. 122–130.

154. Vershinina, T. N. Structure and phase composition of alloyed intermetallic compound Ni<sub>3</sub>Al after annealing and high-temperature creep / T. N. Vershinina, O. A. Golosova, Yu. R. Kolobov, K. V. Povarova // Russian Metallurgy. – 2011. – V. 2011. – № 5. – P. 449–453.

155. Каблов, Е. Н. Современные технологии получения прутковых заготовок из литейных жаропрочных сплавов нового поколения / Е. Н. Каблов, В. В. Сидоров, Д. Е. Каблов, В. Е. Ригин, А. В. Горюнов // Авиационные материалы и технологии. – 2012. – № 5. – С. 97–105.

156. Аргинбаева, Э. Г. Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочного интерметаллидного сплава на основе никеля / Э. Г. Аргинбаева, О. А. Базылева, О. Б. Тимофеева, Р. М. Назаркин // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». – 2016. – № 3. – С. 55–68.

157. Preuss, M. A Comparison of inertia friction welds in three Nickel base superalloys / M. Preuss, P. J. Withers, G. J. Baxter // Materials Science and Engineering A 437. – 2006. – P. 38–45.

158. Бачин, В. А. Теория, технология и оборудование диффузионной сварки / В. А. Бачин. [и др.]. – М. : Машиностроение, 1991. – 352 с.

159. Sah, I. The recovery of tensile ductility in diffusion-bonded Ni-base alloys by post-bond heat treatments / I. Sah, D. Kim, H. Jung Lee, C. Jang // Materials and Design. – 2013. – 47. – P. 581–589.

160. Дроздов, А. А. Формирование твердофазных соединений жаропрочного дискового никелевого сплава с ультрамелкозернистой структурой и монокристаллического лопаточного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al / А. А. Дроздов, В. А.

Валитов, К. Б. Поварова, О. А. Базылева, Э. В. Галиева, С. В. Овсепян // Письма о Материалах. – 2015. – Т. 5, № 2. – С. 142–146.

161. Дроздов, А. А. Влияние степени деформации при сварке давлением деформируемого никелевого сплава ЭП975 и монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА–25 на строение и свойства сварных образцов / А. А. Дроздов, К. Б. Поварова, В. А. Валитов, О. А. Базылева, Э. В. Галиева, М. А. Булахтина, Э. Г. Аргинбаева // Металлы. – 2019. – № 6. – С. 53–64. (Drozdov, A. A. Effect of the deformation during pressure welding of a wrought EP975 nickel alloy and a single-crystal intermetallic VKNA-25 alloy on the structure and properties of the welded joints / A. A. Drozdov, K. B. Povarova, V. A. Valitov, O. A. Bazyleva, E. V. Galieva, M. A. Bulakhtina, E. G. Arginbaeva // Russian Metallurgy (Metally). – Vol. 2019, N 11. – P. 1195–1204).

162. Валитова, Э. В. (Галиева Э. В.) Формирование ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры методами интенсивной пластической деформации в никелевом сплаве ХН58МБЮД / Э. В. Валитова, Р. Я. Лутфуллин, М. Х. Мухаметрахимов, В. А. Валитов // Перспективные материалы. – 2013. – № 15. – С. 35–39.

163. Валитова, Э. В. (Галиева Э. В.) Влияние скорости и температуры деформации на микроструктуру и свойства ультрамелкозернистого свариваемого сплава ХН58МБЮД / Э. В. Валитова, Р. Я. Лутфуллин, В. А. Валитов // Перспективные материалы. – № 15. – С. 30–34.

164. Поварова, К. Б. Формирование градиентных структур в зоне соединения деформируемого никелевого и монокристаллического интерметаллидного сплава при термодиффузионной сварке давлением и термической обработке / К. Б. Поварова, В. А. Валитов, А. А. Дроздов, О. А. Базылева, Э. В. Галиева, Э. Г. Аргинбаева / Металлы. – 2018. – № 1. – С. 48–57. (Povarova, K. B. Formation of gradient structures in the zone of joining a deformable nickel alloy and a single-crystal intermetallic alloy during thermodiffusion pressure welding and subsequent heat treatment / K. B. Povarova, V. A. Valitov, A. A. Drozdov, O. A. Bazyleva, E. V. Galieva, E. G. Arginbaeva // Russian Metallurgy (Metally). – Vol. 2018, N 1. – P. 42–50).

165. Поварова, К. Б. Изучение свойств и выбор сплавов для дисков с лопатками («Блисков») и способа их соединения / К. Б. Поварова, В. А. Валитов, С. В. Овсепян, А. А. Дроздов, О. А. Базылева, **Э. В. Валитова (Галиева Э. В.)** // Металлы. – 2014. – № 5. – С. 61–70. (Povarova, K. B. Study of the properties and the choice of alloys for bladed disks (Blisks) and a method for their joining / K. B. Povarova, V. A. Valitov, S. V. Obsepyan, A. A. Drozdov, O. A. Bazyleva, **E. V. Valitova (E. V. Galieva)**) // Russian Metallurgy (Metally). – Vol. 2014, N 9. – P. 733–741).
166. **Галиева, Э. В.** Строение и свойства твердофазных соединений деформируемого никелевого сплава ЭП975 и монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА–25, полученных сваркой давлением со степенью деформации 24% в условиях сверхпластичности сплава ЭП975 / Э. В. Галиева, К. Б. Поварова, А. А. Дроздов, В. А. Валитов / Металлы. – 2018. – № 6. – С. 64–72. (**Galieva, E. V.** Structure and properties of the solid-phase joints of a wrought EP975 nickel alloy and a single-crystal intermetallic VKNA-25 alloy formed by pressure welding at a strain of 24% under the superplasticity of the EP975 alloy / E. V. Galieva, K. B. Povarova, A. A. Drozdov, V. A. Valitov // Russian Metallurgy (Metally). – Vol. 2018, N 11. – P. 1067–1073).
167. Способ изготовления биметаллического изделия [Текст] : пат. 2608118 Российская Федерация, МПК В 23 К 20/14, В 23 К 20/22 / В. А. Валитов, Р. Р. Мулюков, О. Г. Оспенникова, К. Б. Поварова, О. А. Базылева, **Э. В. Галиева**, Р. Я. Лутфуллин, С. В. Овсепян, С. В. Дмитриев, А. Х. Ахунова, А. А. Дроздов, М. Х. Мухаметрахимов ; заявитель и патентообладатель ИПСМ РАН. – N 2015128846 ; заявл. 15.07.2015 ; опубл. 13.01.2017, Бюл. N 2. – 26 с.
168. **Валитова, Э. В. (Галиева Э. В.)** Моделирование процесса сварки давлением жаропрочного никелевого сплава с использованием ультрамелкозернистой прокладки / Э. В. Валитова, А. Х. Ахунова, В. А. Валитов, С. В. Дмитриев., Р. Я. Лутфуллин, М. Х. Мухаметрахимов // Письма о материалах. – 2014. – Т. 4, № 3. – С. 190–194.
169. **Valitova, E.V. (Galieva E.V.)** Pressure welding of nickel-based 58Ni–Cr–Mo–V–Al–Cu alloy under low-temperature superplasticity conditions / E. V. Valitova, R. Ya.

Lutfullin, M. Kh. Mukhametrahimov, V. A. Valitov, A. Kh. Akhunova, S. V. Dmitriev // Letters on materials. – 2014. – Vol. 4, № 4. – P. 291–294.

170. **Galieva, E. V.** Effect of surface relief on solid phase joining of heat-resistant nickel superalloys / E.V. Galieva, R.Ya. Lutfullin, A. Kh. Akhunova, V. A. Valitov, S. V. Dmitriev // Science and technology of welding and joining. – 2018. – V. 23, N 7. – P. 612–618. **Квартиль Q1**

171. Ахунова, А. Х. Роль сдвиговой компоненты деформации при сварке давлением образцов из разнородных литых и деформируемых сплавов на основе никеля / А. Х. Ахунова, **Э. В. Галиева**, А. А. Дроздов, Э. Г. Аргинбаева, С. В. Дмитриев, Р. Я. Лутфуллин // Письма о материалах. – 2016. – Т. 6, № 3. – С. 211–216.

172. Бикмухаметова, А. А. Физическое и компьютерное моделирование влияния рельефа поверхности при сварке давлением никелевых сплавов / А. А. Бикмухаметова, **Э. В. Галиева**, А. Х. Ахунова // Сборник трудов секции «Механика и моделирование материалов и технологий» Международной молодёжной научной конференции «XLV Гагаринские чтения». – 2019. – С. 23–25.

173. Ахунова, А. Х. Локализация деформации в зоне сварки давлением образцов с рельефом на свариваемых поверхностях / А. Х. Ахунова, С. В. Дмитриев, В. А. Валитов, **Э. В. Валитова (Э. В. Галиева)** // Деформация и разрушение материалов. – 2014. – № 11. – С. 13–17.

174. **Galieva, E. V.** Experimental and simulation modelling Nickel-based alloy pressure welding / E. V. Galieva, V. A. Valitov, R. Ya. Lutfullin, S. V. Dmitriev, A. Kh. Akhunova, M. Kh. Mukhametrakhimov // Materials Science Forum. – 2016. – Vol. 838–839. – P. 350–354.

175. Ахунова, А. Х. Моделирование процесса сварки давлением при наличии рельефа на свариваемых поверхностях / А. Х. Ахунова, С. В. Дмитриев, **Э. В. Валитова (Э. В. Галиева)**, В. А. Валитов // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2014. – Т. 11, № 2. – С. 159–162.

176. Beck, W. Diffusion bonding of steel alloys / W. Beck, R. Safiullin // EuroSPF04. – P. 151–155.

177. **Galieva, E. V.** Solid-phase joining of the cast intermetallic Ni<sub>3</sub>Al-based alloy and deformed nickel-based alloys using superplastic deformation / E. V. Galieva, R. Ya. Lutfullin / IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – V. 447. N 612042.
178. Valitov, V. A. Resch of solid compound formation during thermal deformation effect on intermetallic Ni<sub>3</sub>Al-alloy with a heat-resistant alloy EP975 and influence on the physical, mechanical and performance properties / V. A. Valitov, K. B. Povarova, O. A. Bazyleva, A. A. Drozdov, S. V. Ovsepyan, **E. V. Galieva** // Materials Science Forum. – 2016. – Vol. 838–839. – P. 523–527.
179. Дроздов, А. А. Влияние температуры сварки давлением деформируемого никелевого сплава ЭП975 и монокристаллического интерметаллидного сплава ВКНА–25 на строение и свойства сварных образцов / А. А. Дроздов, К. Б. Поварова, В. А. Валитов, **Э. В. Галиева**, Э. Г. Аргинбаева, О. А. Базылева, М. А. Булахтина, А. Н. Раевских // Металлы. – 2020. – № 4. – С. 48–55. (Drozdov, A. A. Effect of the temperature of pressure welding of a wrought EP975 nickel alloy and a single-crystal intermetallic VKNA-25 alloy on the structure and properties of the welded joints / A. A. Drozdov, K. B. Povarova, V. A. Valitov, **E. V. Galieva**, E. G. Arginbaeva, O. A. Bazyleva, M. A. Bulakhtina, A. N. Raevskikh // Russian Metallurgy (Metally). – Vol. 2020, N 7. – P. 752–759).
180. Булахтина, М. А. Влияние условий проведения сварки давлением и термической обработки на строение и свойства твердофазных соединений интерметаллидного сплава ВКНА–25 моно с суперсплавом ЭП975 / М. А. Булахтина, **Э. В. Галиева**, К. Б. Поварова, А. А. Дроздов, В. А. Валитов // Шестой междисциплинарный научный форум с международным участием "Новые материалы и перспективные технологии". Сборник материалов. – 2020. – Т. I. – С. 57–64.
181. **Галиева, Э. В.** Твердофазная сварка сплавов на основе никеля в условиях сверхпластичности / Э. В. Галиева, Е. Ю. Классман, М. А. Булахтина, А. А. Бикмухаметова, А. Х. Ахунова // Фундаментальная математика и ее приложения в

- естествознании: спутник Международной научной конференции «Уфимская осенняя математическая школа–2020». – 2020. – С. 163.
182. Золоторевский, В. С. Механические свойства металлов: учебник для вузов / В. С. Золоторевский. – 2-е изд. – М. : Металлургия, 1983. – 352 с.
183. URL: <https://www.metallographic.com/Metallographic-Etchants/Metallography-Etchants.htm>.
184. Чалых, А. Е. Электронно–зондовый микроанализ в исследовании полимеров / А. Е. Чалых, А. Д. Алиев, А. Е. Рубцов. – М. : Наука, 1990. – 192 с.
185. Reed, S. J. B. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology / S. J. B. Reed. – Cambridge, New York, 2005. – 232 p.
186. Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков. – М. : Металлургия, 1976. – 271 с.
187. **Галиева, Э. В.** Влияние всесторонней изотермическойковки на структуру и сверхпластические свойства сплава ЭК61 / Э. В. Галиева, В. А. Валитов, Е. Ю. Классман // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2020. – Т. 17, № 4. – С. 461–465.
188. **Galieva, E. V.** Low-Temperature Superplasticity of the Ni-based EK61 Superalloy and application of this effect to obtain solid phase joints / E. V. Galieva, V. A. Valitov, R. Ya. Lutfullin, A. A. Bikmukhametova // Defect and Diffusion Forum. – 2018. – V. 385. – P. 150–154.
189. **Галиева, Э. В.** Механические свойства сплава ХН58МБЮД с ультрамелкозернистой структурой / Э. В. Галиева, Р. Я. Лутфуллин, В. А. Валитов, П. А. Классман, М. И. Нагимов // XII Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики: сборник трудов в 4 томах : Механика деформируемого твердого тела. – 2019. – Т. 3. – С. 284–286.
190. Бикмухаметова, А. А. Сверхпластичность никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975 / А. А. Бикмухаметова, **Э. В. Галиева**, В. А. Валитов, Р. Я. Лутфуллин, Е. Ю. Классман, М. И. Нагимов // Сборник тезисов докладов «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы». Уфа. Россия. – 2018. – С. 82.

191. Технологические рекомендации. Деформационно-термическая обработка никелевых сплавов ЭК61 и ЭП975 для получения ультрамелкозернистой структуры в объемных заготовках / Р. Я. Лутфуллин, В. А. Валитов, Э. В. Галиева, Е. Ю. Класман // г. Уфа. : ИПСМ РАН, 2021. – 23 с. – Инв. № ТР. 49 ИНЕБ-21.
192. Дитенберг, И. А. Особенности микроструктурных и механических свойств металлических материалов после деформации кручением в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре / И. А. Дитенберг, С. А. Малахова, А. Н. Тюменцев, А. В. Корзников // Перспективные материалы. – 2011. – № 12. – С. 306...310. – ISSN 1028–978X.
193. Lutfullin, R. Ya. Influence of superplastic deformation on the quality of solid-phase joints obtained by welding of crystalline alloys / R. Ya. Lutfullin, M. Kh. Mukhametrahimov, **E. V. Galieva** // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2020. – Vol. 1008, N. 012011.
194. Штремель, М. А. Прочность сплавов. Изд. 2-е / М. А. Штремель. — М.: МИСИС, 1999. – 1 т. – 384 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2608118

**СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ БИМЕТАЛЛИЧЕСКОГО  
ИЗДЕЛИЯ**

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт проблем сверхпластичности  
металлов Российской академии наук (ИПСМ РАН) (RU)*

Авторы: *см. на обороте*

Заявка № 2015128846

Приоритет изобретения 15 июля 2015 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 13 января 2017 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 15 июля 2035 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев



Авторы: **Валитов Венер Анварович (RU), Мулюков Радик Рафикович (RU), Оспенникова Ольга Геннадиевна (RU), Поварова Кира Борисовна (RU), Базылева Ольга Анатольевна (RU), Галиева Эльвина Венеровна (RU), Лутфуллин Рамиль Яватович (RU), Овсепян Сергей Вячеславович (RU), Дмитриев Сергей Владимирович (RU), Ахунова Ангелина Халитовна (RU), Дроздов Андрей Александрович (RU), Мухаметрахимов Миннауль Хидиятович (RU)**