

УДК 621.74.045: 669. 24: 621.981

**Н. А. Лысенко<sup>1</sup>, В. В. Клочихин<sup>1</sup>, д-р техн. наук В. В. Наумик<sup>2</sup>**<sup>1</sup>АО «Мотор Сич», <sup>2</sup>Запорожский национальный технический университет, г. Запорожье

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА CMSX-4PLUS ДЛЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОТЛИВОК

*Проведено исследование макро- и микроструктурного состояния исходных шихтовых заготовок и монокристаллических образцов из жаропрочного ренийсодержащего сплава на никелевой основе CMSX-4 PLUS, предназначенного для монокристаллического литья деталей ГТД. Установлено, что исследуемый низкоуглеродистый сплав характеризуется достаточно высокой чистотой по оксидно-сульфидным неметаллическим включениям вследствие низкого содержания кислорода и серы. Микроструктура материала образцов является типичной для жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом высокоскоростной направленной кристаллизации. Механические и жаропрочные свойства сплава CMSX-4 PLUS соответствуют нормам НТД и в ~ 2...3 раза превышают пластические и жаропрочные характеристики сплава ЖС32-ВИ.*

**Ключевые слова:** жаропрочные сплавы, структура, свойства.

### Введение

Создание новых газотурбинных двигателей (ГТД) требует повышения их эксплуатационных характеристик, таких как мощность, ресурс, надежность работы и экономичность. В решении этих проблем большую роль играли и продолжают играть жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС), являющиеся основными материалами элементов горячего тракта двигателя. Самыми термонагруженными деталями горячего тракта являются рабочие лопатки, которые должны работать десятки тысяч часов в широких интервалах температур и напряжений.

Монокристаллические никелевые суперсплавы, несмотря на заметные успехи в области упрочненной волокнами перспективной керамики, остаются практически безальтернативными материалами для лопаток ГТД пятого и шестого поколений. В первую очередь это относится к самым жаропрочным из них – монокристаллическим сплавам, легированным рением и танталом [1].

Реализовать преимущества монокристаллических ЖНС позволили прогрессивные методы металлургии выплавки сплавов, обеспечившие снижение содержания примесей газов O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> (менее 0,001%) и S (менее 0,0005%) [2], а также высокоградиентные технологии монокристаллического литья лопаток [3] и специальные режимы термической обработки.

Из данных, приведенных в работе [4], следует, что расстояние между осями дендритов первого порядка при высокоградиентной направленной кристаллизации примерно в 2 раза меньше, чем

при низкоградиентной. Время гомогенизации при термообработке жаропрочных сплавов выбирается в зависимости от расстояния между осями дендритов первого порядка. Отсюда следует, что меньшее время гомогенизации требуется для монокристаллов с меньшими междендритными расстояниями, т. е. закристаллизованными с высокими температурными градиентами [5].

Поскольку в лопатках с монокристаллической структурой отсутствуют большеугловые границы зерен, то отпадает необходимость вводить в ЖНС легирующие элементы (С, В, Zr, Hf), упрочняющие границы зерен. В частности, отсутствие С и В существенно повышает температуру плавления (1360 °С), сопротивление ползучести, а также механической и термической усталости, поскольку не образуются карбиды и бориды. Таким образом, фазовый состав монокристаллических ЖНС состоит из сложнелегированного  $\gamma$ -твердого раствора на основе никеля и интерметаллидной фазы. Было установлено, что из всех легирующих элементов рений наиболее эффективно повышает длительную прочность никелевых сплавов [6, 7].

Наряду со сплавами, легированными рением также были созданы ренийсодержащие материалы с добавками рутения, недостатком которых является их высокая стоимость. Так, стоимость жаропрочных никелевых сплавов последних поколений, содержащих рутений, возросла с ~ 50 тыс. USD/т до ~350500 тыс. USD/т. Стоимость современных газотурбинных двигателей составляет ~ 1,52,0 тыс. USD за 1 кг.

Таким образом, впервые в мировой практике складывается ситуация, когда удельные цены жаропрочных сплавов становятся соизмеримыми с удельными ценами на газотурбинные двигатели, что, учитывая интеллектуальный и трудовой вклад в создание и производство современных ГТД, делает создающуюся ситуацию достаточно проблематичной [8].

В настоящей работе изучали макро- и микроструктуру, а также механические и жаропрочные свойства никелевого ренийсодержащего сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION».

**Методика проведения исследований**

Исследовали фрагменты (Ø 75 мм, h = 20 мм), вырезанные из верхней, средней и нижней частей прутковой заготовки сплава CMSX-4 PLUS.

Литые монокристаллические образцы были получены на вакуумной установке УВНК-8П методом высокоскоростной направленной кристаллизации (ВНК).

Химический состав сплавов определяли методами химического и спектрального анализов с использованием анализаторов фирмы «LECO» CS230 и TC500.

Пористость по сечению отливок оценивали люминесцентным контролем методом ЛЮМ1-ОВ.

Исследование микроструктурного состояния производили на микрошлифах методами оптической (микроскоп «Axio Observer. Dlm») и растровой электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп «JEOL JSM T-300»).

Термическую обработку образцов осуществляли по следующему режиму:

- гомогенизация в вакууме при температурах – 1316 °С (2 ч) + 1321°С(2 ч)+ 1327 °С (2 ч) + 1332 °С (6 ч) + 1338 °С (8 ч) + 1341°С (4 ч) – далее охлаждение;

- старение при температуре – 1163 °С (6 ч) – охлаждение на воздухе;  
 - старение при температуре – 871 °С (20 ч) – охлаждение на воздухе.

Механические свойства определяли при комнатной температуре на установке Р-5. Длительную прочность образцов с диаметром рабочей зоны 5 мм – на установке ДСТ-500 при температурах: 1000 °С и напряжении 280 МПа; 1050 °С и 240 МПа и 1100 °С и напряжении 156,7 МПа.

Определение кристаллографической ориентации (КГО) отливок образцов осуществляли методом рентгеноструктурного анализа при помощи дифрактометра ДРОН-3 на стартовых конусах, отрезанных от каждой отливки образца с монокристаллической структурой. При этом плоскость поперечного реза была перпендикулярна продольной оси отливки. Рентгено съемку проводили на поперечной поверхности шлифа конуса, протравленной для выявления дендритной микроструктуры.

**Анализ и обсуждение полученных результатов**

Химический состав материалов заготовок и образцов удовлетворительный и отвечает требованиям нормативной технической документации (НТД) для сплава CMSX-4 PLUS (табл. 1). При этом следует отметить, что исследуемый высоколегированный ренийсодержащий Ni-Co-Ta-сплав CMSX-4 PLUS отличается от аналогичного сплава ЖС32-ВИ, в основном, повышенным содержанием тантала, а также низким содержанием углерода (C = 0,0018%) и серы (S < 0,0004%).

Анализ микроструктуры фрагментов, вырезанных из верхней, средней и нижней частей заготовки из сплава CMSX-4 PLUS, показал, что величина макрозерна по высоте заготовки различна:

**Таблица 1** – Химический состав никелевого жаропрочного сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION»

Марка сплава	Содержание элементов, %										
	C (ppm)	Cr	Co	W	Mo	Al	Nb	Ta	Re	Ti	Fe
CMSX-4 PLUS	18	3,45	9,55	5,56	0,60	5,71	< 0,05	8,10	4,80	0,82	0,02
Нормы НТД	≤75	3,2... 3,5	9,3... 9,9	5,3... 5,7	0,5... 0,7	5,6... 5,8	≤ 0,1	8,1... 8,3	4,7... 4,9	0,8.. 0,9	≤ 0,15
ЖС32-ВИ	0,16	4,56	9,47	8,81	1,15	5,72	1,51	3,75	3,68	-	0,24
Нормы НТД	0,12... 0,17	4,5... 5,3	9,0... 9,5	8,1... 8,9	0,9... 1,3	5,7... 6,2	1,4... 1,8	3,7... 4,4	3,6... 4,9	-	≤ 0,5
Марка сплава	Содержание элементов, %										
	Ni	Si	S (ppm)	P	B	Pb	Bi	O <sub>2</sub> (ppm)	N <sub>2</sub> (ppm)		
CMSX-4 PLUS	основа	0,01	< 4	0,0005	<0,002	0,0005	<0,0001	2	2		
Нормы НТД	основа	≤0,04	≤4	≤0,002	≤0,003	≤0,001	≤0,0002	≤4	≤5		
ЖС32-ВИ	основа	<0,2	20	0,003	<0,02	0,0002	0,0002	7	45		
Нормы НТД	основа	≤0,2	≤50	≤0,010	≤0,03	≤0,001	≤0,0002	≤40	≤50		

- в верхней части отличается мелкокристаллическим строением с размером зерен  $\sim 0,2...0,4$  мм (рис. 1а);
- в средней части размер макрозерен составляет  $\sim 17$  мм (рис. 1б);
- в нижней части —  $\sim 0,51,5$  мм (рис. 1в).

В центральной зоне средней части заготовки имеется осевая усадочная пористость диаметром до  $\sim 15$  мм (см. рис. 1б); в нижней части — ликвационная неоднородность (см. рис. 1в).

При металлографическом исследовании в материале исследуемой заготовки грубые загрязнения в виде плен, крупных частиц шлаковых включений и их скоплений не обнаружены. Максимальный размер оксидных включений (до 55 мкм) наблюдается в периферийной зоне верхней части заготовки. Далее по сечению, а также в средней и нижней ее частях оксидные включения, а также карбиды практически отсутствуют; размер редко встречающихся включений не превышает 8 мкм и 2 мкм, соответственно, что характерно для структуры низкоуглеродистого сплава CMSX-4 PLUS с пониженным содержанием серы.

Параметры структурных составляющих в заготовке  $\varnothing 75$  мм из сплава CMSX-4 PLUS представлены в таблице 2.

Микроструктура прутковой заготовки  $\varnothing 75$  мм из сплава CMSX-4 PLUS характерна для литого состояния никелевых высоколегированных жаропрочных сплавов и представляет собой  $\gamma$ -твердый раствор с наличием интерметаллидной  $\gamma'$ -фазы, эвтектической фазы типа  $(\gamma-\gamma')$ . В литой структуре наблюдается размерная и морфологическая неоднородность частиц  $\gamma'$ -фазы. При этом размер и форма  $\gamma'$ -частиц в осях и меж-

дендритных областях значительно различаются — в межосях частицы  $\gamma'$ -фазы значительно крупнее. Размеры эвтектической  $(\gamma-\gamma')$ -фазы в центральной зоне заготовки составляют  $\sim 45...90$  мкм и уменьшаются от центра к периферии. Расстояние между осями дендритов второго порядка в краевой зоне (столбчатых кристаллов) примерно в  $\sim 3$  раза меньше чем в центре (см. табл. 2).

Для определения механических и жаропрочных свойств из прутковой заготовки  $\varnothing 75$  мм сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION» были отлиты образцы ( $\varnothing 15$  мм;  $L = 135$  мм) методом высокоскоростной направленной кристаллизации (ВНК).

Исследование макроструктуры и монокристалличности образцов проводили путем визуального осмотра после химического травления их поверхности.

Установлено, что на 4-х из 12-ти образцов получена монокристаллическая структура. Остальные образцы состояли из нескольких кристаллов, ориентированных в направлении оси Z.

Значения отклонения направления [001] от оси Z при определении кристаллографической ориентации (КГО) монокристаллических образцов, в основном, составляли  $\sim 1,1...15,1$  угл. град.

На рис. 2 при увеличении до  $16\times$  показана макроструктура моно- и направленно закристаллизованных образцов из сплава CMSX-4 PLUS с наличием нескольких кристаллов, ориентированных в осевом направлении (по оси Z). В поперечном сечении монокристаллических образцов наблюдаются дендриты в виде регулярно расположенных «крестов».

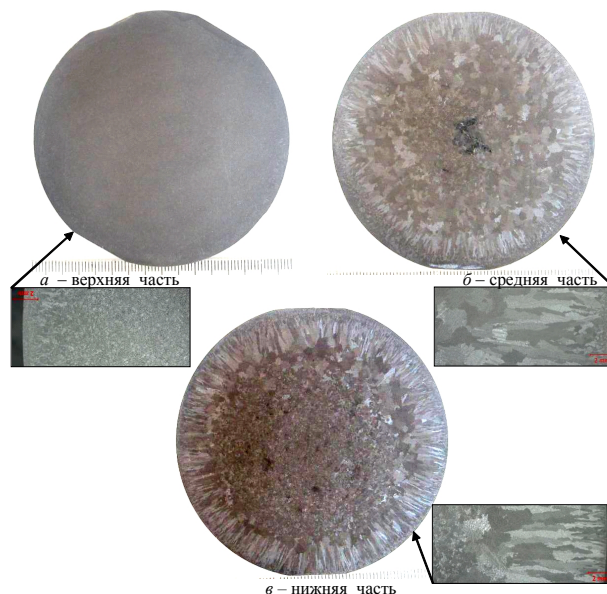
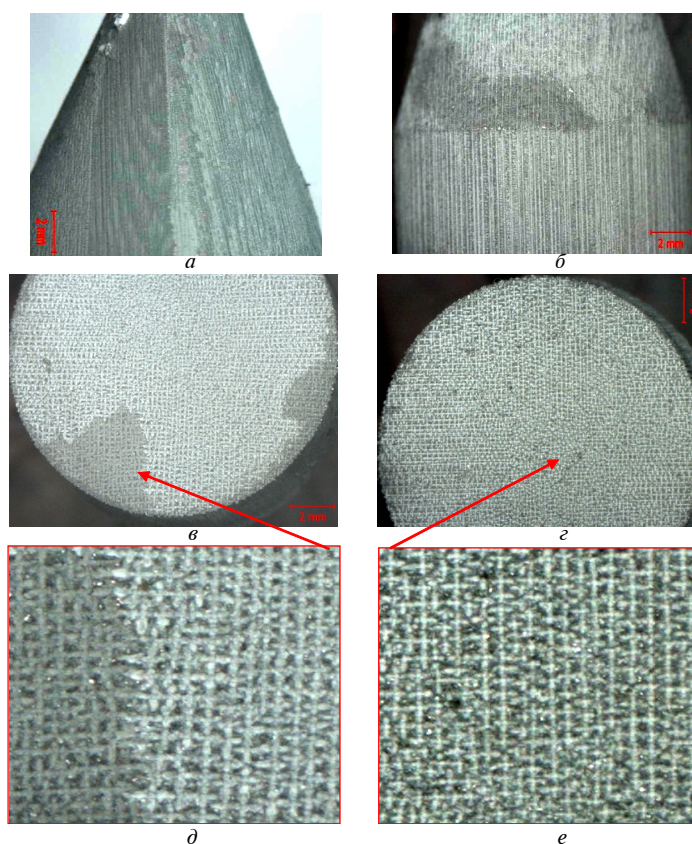


Рис. 1. Макроструктура в поперечном сечении исходной заготовки  $\varnothing 75$  мм из сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION»

**Таблица 2** – Параметры структурных составляющих заготовки  $\varnothing$  75 мм из сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION»

Место замера		Размеры структурных составляющих, мкм				
		карбиды типа MC	эвтектика типа ( $\gamma - \gamma'$ )	оксиды	Микропоры	Расстояние между осями дендритов 2-го порядка
верх	край	до 2 (редко)	3...30	до 55(редко)	до 30	10...25
	центр	до 2 (редко)	5...45	до 6	до 35	30...50
середина	край	до 1 (редко)	7...30	до 8	до 20	18...35
	центр	до 1 (редко)	10...90	до 5	до 50	50...90
низ	край	до 1 (редко)	8...30	до 6	до 20	15...30
	центр	до 1 (редко)	10...90	до 5	до 50	50...90



**Рис. 2.** Макроструктура направленно закристаллизованного (*a, в, д*) и монокристаллического (*б, з, е*) образцов, отлитых из сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION»: *a, б, в, з* –  $\times 6,5$ ; *д, е* –  $\times 16$

Механические и жаропрочные свойства определяли на монокристаллических образцах из сплава CMSX-4 PLUS после термической обработки (гомогенизация и двойное старение).

Результаты механических испытаний и испытаний на длительную прочность приведены в таблице 3.

Из данных, представленных в таблице 3, видно, что механические и жаропрочные свойства сплава CMSX-4 PLUS соответствуют нормам ТУ Cannon-Muskegon для сплава CMSX-4 PLUS, а

также НТД – для сплава ЖС32-ВИ(ВНК). При этом следует отметить, что сплав CMSX-4 PLUS [в сравнении с ЖС32-ВИ(ВНК)] характеризуется более высокой пластичностью и длительной прочностью.

Изломы образцов, отлитых из сплава CMSX-4 PLUS методом ВНК, после испытаний на растяжение при комнатной температуре имеют складчатое, скользкое строение (рис. 3а). Тогда как, строение изломов образцов из сплава ЖС32-ВИ(ВНК) – дендритное (рис. 3б).



Таблица 3 – Механические и жаропрочные свойства сплава CMSX-4

Условный номер плавки	Состояние материала	Инд. номер образца	Механические свойства при $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$			Длительная прочность				
			$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	$\delta$ , %	$\Psi$ , %	$T_{\text{исп.}}$ , $^{\circ}\text{C}$	$\sigma$ , МПа	Время до разрушения, $\tau_p$ , ч		
1 (монокристалл)	после термообработки	1	935	18,0	16,1	1000	280	189,5; 171,6		
		4				1050			76,0; 91,0	
		10				1100				112,5; 117,5
		9				1100				
Нормы ТУ Cannon-Muskegon CMSX-4® Plus			$\geq 900$	$\geq 6,0$	$\geq 6,0$	1050	240	$\geq 45,0$		
Средние значения для сплава ЖС32-ВИ (после стандартной термообработки)			1015	8,0	-	1000	280	64,5		
Нормы НТД для сплава ЖС32-ВИ			$\geq 900$	$\geq 6,0$	-	1000	280	$\geq 40,0$		

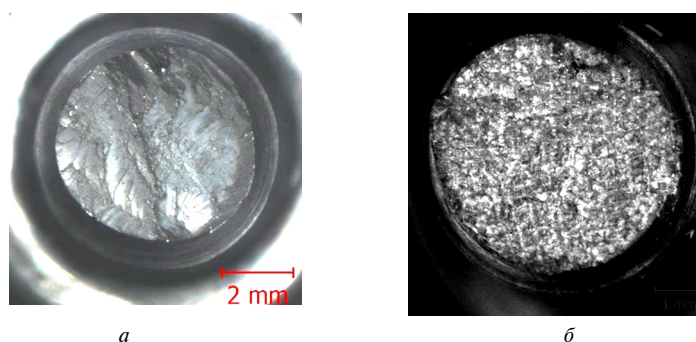


Рис. 3. Строение изломов монокристаллических образцов после испытаний на растяжение при комнатной температуре,  $\times 10$ : а – из сплава CMSX-4 PLUS; б – из сплава ЖС32-ВИ(ВНК)

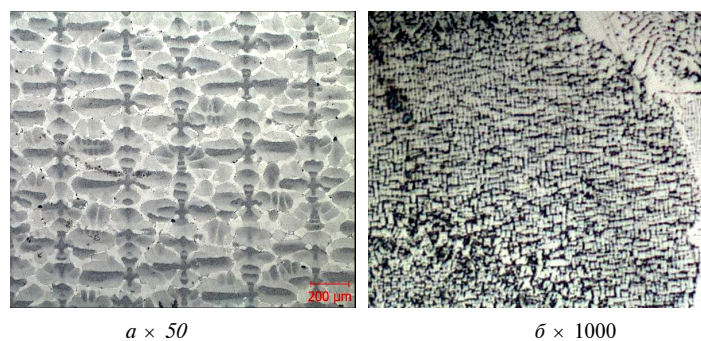


Рис. 4. Микроструктура образцов  $\varnothing 15$  мм из сплава CMSX-4 PLUS – до термообработки

В материале исследуемых образцов обнаружена микропористость с размером микропор до  $\sim 55$  мкм и единичные оксидные включения – до 1 мкм. Кроме того, в сплаве имеются мелкие редко встречающиеся включения оксинитридов и нитридов размером до  $\sim 3$  мкм. Карбиды методом оптической микроскопии при увеличениях до 1000-х не обнаружены.

Микроструктура образцов  $\varnothing 15$  мм из сплава CMSX-4 PLUS (ВНК) после литья (до проведения операции термообработки) аналогична микроструктуре заготовки  $\varnothing 75$  мм – имеет дендритно-ячеистую структуру, сформированную дендритами первого и второго порядков (рис. 4).

В литой структуре наблюдается размерная и морфологическая неоднородность частиц  $\gamma'$ -фазы. При этом размер и форма  $\gamma'$ -частиц в осях и междендритных областях различаются – в междендритных областях частицы  $\gamma'$ -фазы заметно крупнее. Размер частиц интерметаллидной  $\gamma'$ -фазы в осях дендритов нетермообработанных образцов составляет  $\sim 0,36...0,55$  мкм; в междендритных прос-транствах –  $\sim 0,83...1,39$  мкм.

В структуре также имеется значительное количество эвтектической фазы типа  $(\gamma - \gamma')$  размером до 90 мкм, располагающейся в междендритных пространствах.

Дендритно-ячеистое строение монокристаллических отливок и отливок с направленно закристаллизованной структурой (имеющих несколько кристаллов) из сплава CMSX-4 PLUS является типичным для жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом направленной кристаллизации.

Известно [5], что междендритное расстояние ( $\lambda$ ) определяется скоростью охлаждения расплава, т. е. скоростью движения фронта кристаллизации ( $R$ ) и температурным градиентом на фронте кристаллизации ( $G$ ). Соотношение между этими параметрами для монокристаллов с ориентацией  $\langle 001 \rangle$  имеет вид:

$$\lambda = 680(G \cdot R)^{-0,32}$$

Таким образом, расстояние между осями дендритов первого и второго порядка в материале исследуемых монокристаллических образцов из сплава CMSX-4 PLUS, полученных методом вы-

сокоскоростной направленной кристаллизации, составляет примерно 320 мкм и 40 мкм, соответственно.

Установлено, что термическая обработка при температуре 1316...1341 °С с последующим двойным старением (по указанному выше режиму) способствует повышению однородности сплава вследствие практически полного растворения в  $\gamma$ -твердом растворе эвтектической ( $\gamma - \gamma'$ )- фазы, а также выравнивания состава между осями и межосными пространствами дендритов (рис. 5). В микроструктуре выявлены единичные редко встречающиеся частицы эвтектики, вытянутые в направлении кристаллизации (по оси  $Z$ ) длиной до ~ 90 мкм. Интерметаллидные частицы  $\gamma'$ - фазы в осях и междендритных пространствах имеют примерно одинаковые размеры. Форма  $\gamma'$ - частиц – кубоидная; на малоугловых границах монокристаллов сформировались частицы  $\gamma'$ - фазы неправильной формы (рис. 6).

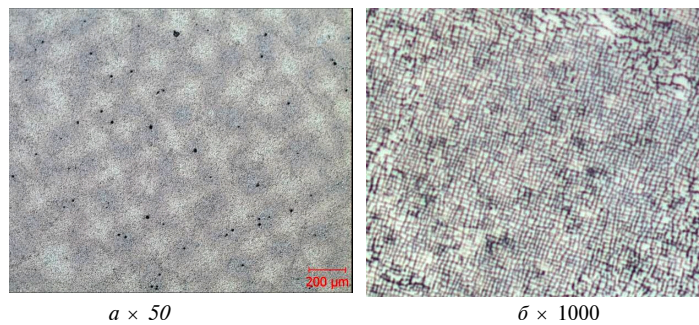


Рис. 5. Микроструктура образцов  $\varnothing$  15 мм из сплава CMSX-4 PLUS – после термообработки

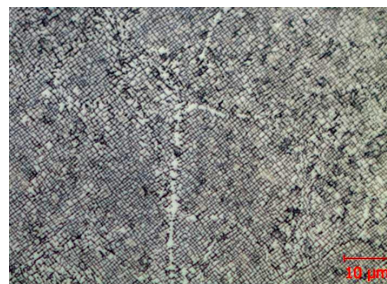


Рис. 6. Малоугловые границы зерен в монокристаллических образцах из сплава CMSX-4 PLUS,  $\times$  1000

### Выводы

1. Качество материала прутковой заготовки  $\varnothing$  75 мм из жаропрочного никелевого сплава CMSX-4 PLUS производства фирмы «CANNON-MUSKEGON CORPORATION», а также монокристаллических термически обработанных образцов, полученных методом высокоскоростной направленной кристаллизации, соответствует требованиям технических условий (ТУ Cannon-Muskegon для сплава CMSX-4 PLUS) и в ~ 23

раза превышает пластические и жаропрочные характеристики сплава ЖС32-ВИ.

2. Микроструктура заготовки  $\varnothing$  75 мм и направленно закристаллизованных образцов  $\varnothing$  15мм из сплава CMSX-4 PLUS характерна для никелевых высоколегированных жаропрочных сплавов, характеризуется достаточно высокой чистотой по оксидно-сульфидным неметаллическим включениям, а также карбидам вследствие низкого содержания кислорода, серы и углерода в сплаве.

3. Термическая обработка при температуре 1316...1341°C с последующим двойным старением (по указанному выше режиму) способствует повышению однородности сплава вследствие практически полного растворения в  $\gamma$ -твердом растворе эвтектической ( $\gamma-\gamma'$ )- фазы, а также выравнивания состава между осями и межосными пространствами дендритов.

#### Список литературы

1. Каблов Е. Н. Монокристаллические никелевые ренийсодержащие сплавы для турбинных лопаток ГТД / Е. Н. Каблов, В. Н. Толораия, Н. Т. Орехов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2002. – № 7. – С. 109–115.
2. Сидоров В. В. Авиационные материалы и технологии / В. В. Сидоров, В. Е. Ригин, В. Т. Бурцев // *Вып. Высокотемпературные жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД*. – М., 2004. – С. 72–75.
3. Каблов Е. Н. Авиационные материалы и технологии / Е. Н. Каблов, Ю. А. Бондаренко, В. А. Сурова // *Вып. Высокотемпературные жаро-*

прочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД. – М., 2004. – С. 90–93.

4. Каблов Е.Н. Физико-химические особенности создания жаропрочных сплавов, содержащих рений / Е. Н. Каблов // *Вестник московского университета, серия 2. Химия*. – 2005. – Т. 46. – № 3. – С. 155–167.
5. Шалин Р. Е. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов / Р. Е. Шалин, И. Л. Светлов, Е.Б. Качанов [и др.] – М. : Машиностроение. – 1997. – 336 с.
6. Caron P. Superalloys 2000 / Eds. T.M. Polloc, R.D. Kissinger, R.R. Bowman [et.al.] // *Champion (Pennsylvania)*. – 2000. – 737 p.
7. Kouzumi Y. Superalloys 2004 / Eds. by K. A. Green [et.al.] // *Champion (Pennsylvania)*. – 2004. – 35 p.
8. Логунов А. В. Методологические основы автоматизированного проектирования жаропрочных сплавов на никелевой основе / А. В. Логунов, Ю. Н. Шмотин, Д. В. Данилов // *Технология металлов*. – М., 2014. – № 7. – С. 3–11.

Поступила в редакцию 10. 03. 2017

#### **Лисенко Н.О., Клочихін В.В., Наумик В.В. Структура та властивості жароміцного сплаву CMSX-4 PLUS для монокристалічних відливок**

*Проведено дослідження макро- і мікроструктурного стану вихідних шихтових заготовок і монокристалічних зразків з жароміцного рениймісного сплаву на нікелевій основі CMSX-4 PLUS, призначеного для монокристалічного лиття деталей ГТД. Встановлено, що досліджуваний низьковуглецевий сплав характеризується досить високою чистотою за оксидно-сульфідним неметалевим включенням внаслідок низького вмісту кисню і сірки. Мікроструктура матеріалу зразків є типовою для жароміцних нікелевих сплавів, отриманих методом високошвидкісної спрямованої кристалізації. Механічні та жароміцні властивості сплаву CMSX-4 PLUS відповідають нормам НТД і в ~ 2...3 рази перевищують пластичні і жароміцні характеристики сплаву ЖС32-ВІ.*

**Ключові слова:** жароміцні сплави, структура, властивості.

#### **Lysenko N., Klochihin V., Naumyk V. The structure and properties of heat-resistant alloy CMSX-4 PLUS for single-crystal castings**

*The study of macro- and microstructural state of the original charge of workpieces and single-crystal samples of rhenium high-temperature alloy Nickel-based CMSX-4 PLUS is designed for single-crystal casting of turbine engine parts. It is established that the investigated low-carbon alloy is characterized by high purity by oxide-sulfide non-metallic inclusions due to low oxygen, and sulfur. Microstructure of material samples is typical of heat-resistant Nickel alloys obtained by high-speed directional crystallization. Mechanical and heat resisting properties of the alloy CMSX-4 PLUS meet the standards of NTD and ~ 2...3 times higher than plastic and high-temperature characteristics of alloy ЖС32-ВІ.*

**Key words:** heat-resistant alloys, structure, properties.