

АНАЛИЗ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОЙ ФАЗЫ В ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ

© 2016

С. В. Кириков аспирант, Институт проблем машиностроения Российской академии наук, г. Нижний Новгород, ksv.kirikov@yandex.ru

В. Н. Перевезенцев доктор физико-математических наук, профессор, научный руководитель Института проблем машиностроения Российской академии наук, г. Нижний Новгород, Perevezentsev@phys.unn.ru

Ю. П. Тарасенко кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией, Институт проблем машиностроения Российской академии наук, г. Нижний Новгород, npktribonika@yandex.ru

Предложена методика автоматического количественного анализа параметров дисперсной упрочняющей γ' -фазы в жаропрочных поликристаллических никелевых сплавах и указаны основные её отличия от стандартных методов исследования несвязных фаз. Рассмотрены четыре класса характеристик частиц несвязной дисперсной фазы: объёмная доля, размерные параметры частиц, характеристики формы частиц и параметры пространственного распределения, которые однозначно её характеризуют. На примере жаропрочного никелевого сплава In792 проведён комплексный количественный расчёт параметров γ' -фазы материала лопатки первой ступени газовой турбины SGT-800 Siemens. Показано, что в процессе эксплуатации сплава In792 наблюдаются увеличение объёмной доли и эквивалентного диаметра дисперсных частиц γ' -фазы и уменьшение их концентрации. Установлена взаимосвязь этих параметров с изменением механических свойств сплава (предела микропластичности, предела текучести) в процессе эксплуатации лопатки. Показано, что эквивалентный диаметр частиц γ' -фазы может быть принят в качестве критерия при оценке постэксплуатационного состояния материала. Форма частиц и величина разброса концентрации γ' -фазы в процессе эксплуатации меняются незначительно, и данные параметры необходимо рассматривать лишь при контроле качества исходного изделия.

Жаропрочные никелевые сплавы; интерметаллидная γ' -фаза; дисперсная фаза; дисперсионная система; количественная металлография; направляющие лопатки газотурбинных двигателей.

Цитирование: Кириков С.В., Перевезенцев В.Н., Тарасенко Ю.П. Анализ морфологических характеристик интерметаллидной фазы в жаропрочных никелевых сплавах // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2016. Т. 15, № 4. С. 216-223. DOI: 10.18287/2541-7533-2016-15-4-216-223

Введение

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) широко используются для изготовления деталей, подвергаемых нагреву от 700 до 1100 °С при эксплуатации, в частности для изготовления деталей ракетно-космической техники, в газовых турбинах двигателей самолётов и кораблей. Широкое применение они получили в выпуске рабочих и направляющих турбинных лопаток наземных газотурбинных двигателей [1].

Современные никелевые суперсплавы (отечественные – типа ЖС, ЦНК, зарубежные – типа CMSX, TMS) представляют собой твёрдые растворы на основе Ni с ГЦК неупорядоченной структурой (матрица), упрочнённые выделениями γ' -фазы, являющейся легированным твёрдым раствором на основе интерметаллида Ni₃Al с упорядоченной ГЦК кристаллической структурой (L1₂).

Параметры данной фазы во многом определяют важнейшие эксплуатационные свойства жаропрочных материалов [2]. Поэтому при изучении поведения ЖНС важное значение имеет анализ эволюции γ' -фазы в процессе эксплуатации, связь её параметров с механическими свойствами и др. Поэтому необходимо использовать количественные

методы оценки микроструктуры сплава, содержащего частицы γ' -фазы. Стандартный визуальный анализ дисперсионной системы, связанный с описательной формой – «мелкая, крупная, однородная», является недостаточным.

Традиционные количественные методы определения параметров частиц упрочняющей фазы, такие как метод Глаголева и метод Розвиля, являются весьма трудоёмкими и не всегда удовлетворяют требуемой точности и статистической достоверности получаемых результатов. Вследствие чего задача разработки компьютеризированного подхода оценки величин, характеризующих пространственное распределение и морфологию интерметаллидов, весьма актуальна. Реальное положение вещей таково, что количественная металлография стала возможна относительно недавно, в конечном итоге – благодаря автоматическим анализаторам изображений (ААИ) и находится ещё только в начале своего развития. Автоматические количественные подходы исследования структуры материалов так или иначе связаны с методами и алгоритмами компьютерного зрения, которые базируются на том принципе, что изображения состоят из большого количества пикселей и в зависимости от их яркости, цвета, взаимного расположения происходит идентификация и дифференциация объектов структуры.

В связи с этим целью данной работы являлась разработка методов автоматического количественного исследования интерметаллидных фаз в жаропрочных никелевых сплавах, а также определение базовых параметров дисперсной фазы, однозначно описывающих последнюю и в то же время влияющих на эксплуатационные свойства материала.

Методика исследования

Объектом исследования являлась направляющая лопатка 1-й ступени газовой турбины SGT-800 Siemens из сплава In792 после отработки назначенного ресурса с наработкой 24918 эквивалентных часов. Из замковой и перовой частей (выходная кромка) лопатки были вырезаны заготовки для образцов и шлифов. Известно, что температурные и силовые нагрузки в замковой части (ЗЧ) лопаток значительно ниже по сравнению с перовой частью (ПЧ), поэтому структура материала ЗЧ в процессе эксплуатации лопатки не претерпевает существенных изменений, в то время как структура материала ПЧ существенно эволюционирует.

В дальнейшем из заготовок были изготовлены шлифы для исследования структуры сплава с целью определения морфологических характеристик частиц интерметаллидной γ' -фазы. Микроструктурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе «TESCAN/VEGA». Анализ фазы осуществлялся с помощью оригинальной программы, реализованной на языке программирования Python с использованием библиотеки компьютерного зрения OpenCV. Для материала замковой и перовой частей лопаток было проведено исследование основных характеристик интерметаллидных частиц: эквивалентный размер, фактор формы, концентрация, объёмная доля и др., а также построены их распределения и определены основные статистические параметры данных распределений. Общее количество исследованных частиц γ' -фазы составляет порядка 8000, а полей зрения – 20 для каждой зоны.

Для определения физического предела текучести σ_T и предела микропластичности σ_0 использовали метод релаксационных испытаний на оригинальной автоматизированной установке высокой жёсткости «Релаксометр» с использованием программного обеспечения АУР1. Для этого из заготовок были вырезаны образцы размером $2,7 \times 2,7 \times 6,0$ мм. Данный способ анализа механических свойств представляется более правомерным по сравнению с использованием стандартного метода испытаний на растяжение, так как испытания более крупных образцов, вырезанных из серединной части изделия, дают усреднённые данные, которые характеризуют состояние более глубоких

слоёв основного материала, в то время как зарождение и развитие дефектов, как правило, происходит в поверхностном слое [3].

При исследовании параметров частиц γ' -фазы использовался компьютерный метод расчёта. Для этого был разработан оригинальный программный продукт, реализованный на языке Python 2.7 с использованием библиотеки компьютерного зрения OpenCV. Цифровое изображение структуры сплава, полученное на растровом микроскопе, проходило предварительную обработку по увеличению контрастности и резкости, приближаясь тем самым к бинарному типу. Далее алгоритм программы производил дифференцирование пикселей частиц интерметаллидной фазы от пикселей матрицы, идентификацию включений по отношению друг к другу и расчёт их различных характеристик. Погрешность вычисления зависела от количества пикселей, приходящихся на одну частицу: чем больше данная величина, тем точнее результат. В рассматриваемом случае относительная погрешность не превышала 5%.

Результаты исследований

На рис. 1 представлена характерная микроструктура сплава In792 для замковой (а) и перовой (б) частей направляющей лопатки.

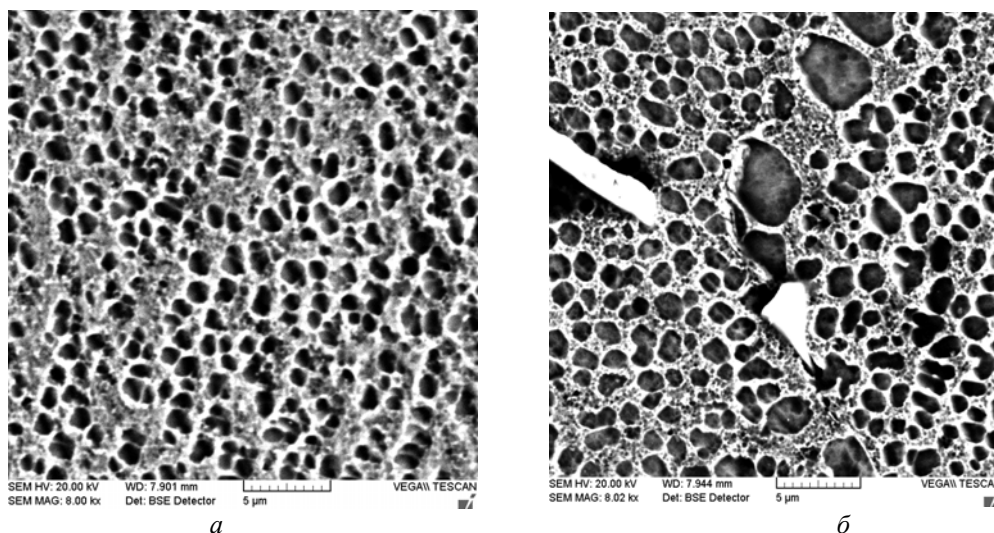


Рис. 1. Характерная структура сплава, упрочнённого частицами γ' -фазы

Для полной количественной характеристики γ' -фазы в жаропрочных никелевых сплавах было предложено использовать следующие параметры дисперсных фаз.

Объёмная доля включений. Одной из важных величин, характеризующей любую дисперсионную систему, является объёмная доля выделившейся фазы. В случае ЖНС данный параметр напрямую влияет на определяющие эксплуатационные свойства материалов – жаропрочность и предел текучести. Из [4] известно, что объёмная доля дисперсных частиц точно равна доли площади, занимаемой ими в плоскости шлифа:

$$V_q = \frac{S_q}{S},$$

где V_q – объёмная доля выделившейся дисперсной фазы; S_q – доля площади, занимаемая дисперсной фазой; S – площадь шлифа.

Для исследуемого сплава объёмные доли γ' -фазы для замковой и перовой частей оказались соответственно равны 41% и 48%. Увеличение объёмной доли интерметаллидов является благоприятным фактором для улучшения эксплуатационных свойств

материала изделий, однако его нельзя рассматривать отдельно от других параметров упрочняющей фазы.

Размерные параметры частиц. Известно, что в процессе эксплуатации лопаток, изготовленных из ЖНС, наблюдается увеличение размера частиц γ' -фазы [2]. В [5] показано, что размер частиц может быть принят в качестве критерия эксплуатационной надёжности. Размер интерметаллидов неправильной формы наиболее удобно характеризовать эквивалентным диаметром, т.е. диаметром круга, площадь которого равна площади частицы:

$$d = \sqrt{\frac{4S_q}{\pi}},$$

где S_q – площадь частицы; d – эквивалентный диаметр.

На рис. 2 представлены гистограммы распределения частиц γ' -фазы эквивалентного диаметра для замковой (а) и перовой (б) частей.

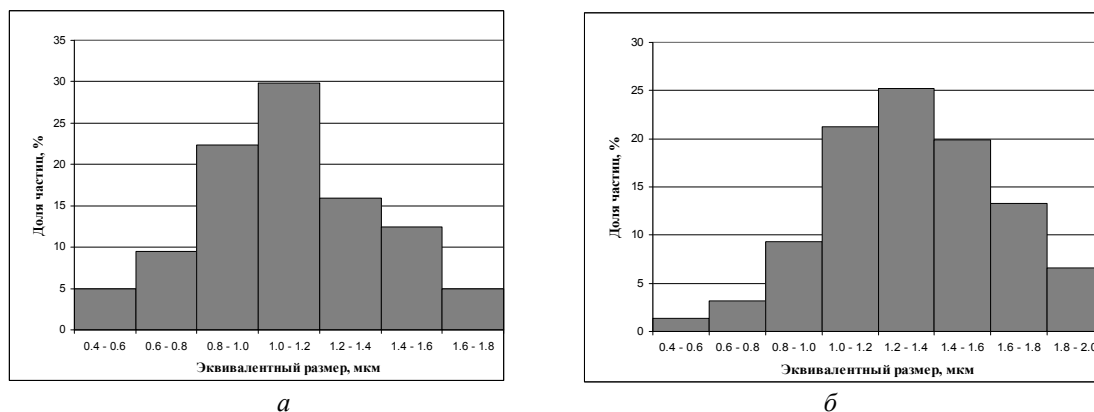


Рис. 2. Гистограммы распределения по эквивалентному диаметру частиц γ' - фазы

Среднее значение эквивалентного диаметра (среднеквадратичное отклонение) для перовой и замковой частей составляют соответственно 1,1 мкм (0,5 мкм) и 1,3 мкм (0,5 мкм). При расчёте не учитывались частицы, эквивалентные диаметры которых меньше 0,1 мкм (вторичная γ' -фаза). Частицы, размеры которых больше 3 мкм (количество которых составляет менее 1%) (рис. 1, б), присутствующие в равной степени как в перовой, так и в замковой частях, не приведены в гистограммах, но включены в расчёт. Нет никаких данных, что само по себе укрупнение частиц γ' -фазы оказывает негативное влияние на механические свойства материала. Однако рост частиц, как правило, сопровождается другими процессами, протекающими во время эксплуатации, речь о которых пойдёт ниже. В свою очередь, наблюдается хорошая корреляция между размером частиц γ' -фазы и фактической наработкой, что может служить критерием при различных величинах термомеханического нагружения в различных условиях эксплуатации.

Параметры формы частиц. Важной характеристикой частиц упрочняющих фаз является форма включений. Для интерметаллидной фазы форма частицы коррелирует с такой важной характеристикой частицы как мисфит – отношение параметра кристаллической решётки матрицы к параметру решётки упрочняющей фазы. От величины этого параметра зависит характер взаимодействия осуществляющих пластическую деформацию зёрен решёточных дислокаций с дисперсной частицей (перерезание или огибание частиц дислокациями) и, соответственно, преобладание того или иного механизма дисперсного упрочнения. Для анализа формы частиц предлагается воспользоваться фактором формы:

$$\Phi = \frac{4\pi S}{P^2},$$

где S – площадь частицы; P – периметр частицы. Максимальное значение данной величины составляет 1, при этом частица имеет форму круга. Используя данный параметр, можно провести анализ морфологии частиц. Результаты данного анализа для исследуемого сплава представлены на рис. 3 для замковой (*а*) и перовой (*б*) частей.

Выборки по фактору формы для перовой и замковой частей (табл. 1) с 95%-й вероятностью по критерию Стьюдента принадлежат к одной и той же генеральной совокупности. Это говорит о том, что в процессе эксплуатации данный параметр практически не меняется.

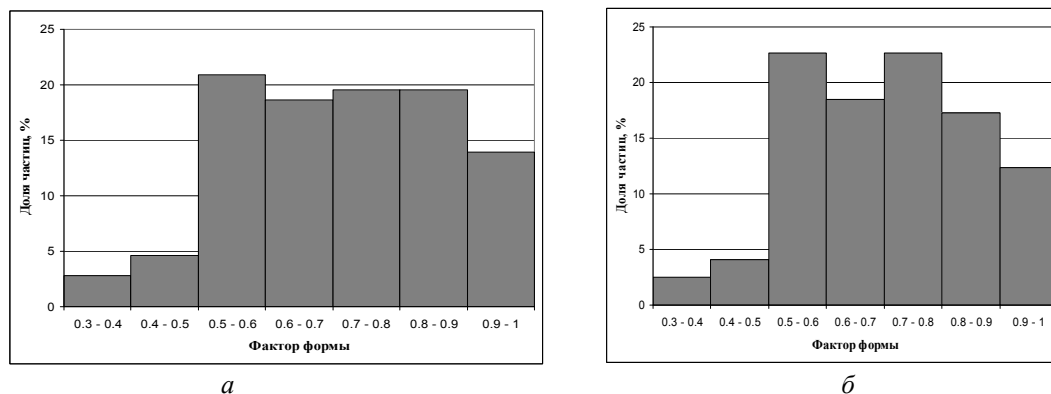


Рис. 3. Гистограммы распределения по фактору формы частиц γ' -фазы

Таблица 1. Доля частиц γ' -фазы, имеющих заданную форму

Форма частиц	Фактор формы	Доля частиц для замковой части, %	Доля частиц для перовой части, %
Сферическая	1 – 0,78	13	12
Округлая	0,77 – 0,67	40	36
Угловатая	0,66 – 0,59	18	16
Продолговатая	0,58 – 0,43	22	29
Пластинчатая	$\geq 0,42$	7	7

Параметры пространственного распределения частиц. Совершенно случайное пространственное распределение частиц встречается крайне редко. При диффузионном росте включений их сближению препятствует истощение зоны питания или возникновение упругих полей напряжений. Вследствие этого в сплаве могут присутствовать области, где наблюдается либо повышение концентрации частиц – так называемые гнёзда, либо её уменьшение – пустыри. Размер и кучность данных областей определяют сопротивление малым пластическим деформациям и разрушению [6]. Регулярное (без «слабых мест») размещение дисперсной фазы – одна из целей технологии создания дисперсионно-твердеющих сплавов.

Пространственное распределение частиц можно описывать с помощью различных характеристик, но в данной работе воспользуемся следующими:

- концентрация фазы – количество частиц фазы в единице объёма;
- величина разброса концентрации фазы σ_n .

Данную величину вычисляют, разбив плоскость шлифа на m областей с одинаковой площадью. Затем производят расчёт величины концентрации частиц n_i для каждой из областей и их усреднение по всем зонам \bar{n} . Величина разброса концентрации фазы σ_n определяется по формуле:

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{1}{m(m-1)} \sum_{i=1}^m (\bar{n} - n_i)^2}.$$

Результаты расчёта концентрации частиц интерметаллидной γ' -фазы и величины её разброса (приведена в скобках) для исследуемого сплава дают: для замковой части – $43 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ ($7 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$), для перовой части – $36 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ ($6 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$). Эти результаты свидетельствуют о том, что при эксплуатации лопаток происходят процессы растворения γ' -фазы, которые негативно влияют на механические свойства материала. Для иллюстрации этого утверждения представлена табл. 2 результатов расчёта параметров интерметаллидной γ' -фазы и механических характеристик материала (предела микропластичности, предела текучести) для замковой и перовой частей лопатки. Для перовой части лопатки наблюдается значительное понижение механических свойств по сравнению с замковой, обусловленное растворением и увеличением среднего размера частиц γ' -фазы.

Таблица 2. Обобщённые характеристики структуры и механические свойства сплава

	Замковая часть	Перовая часть
Предел микропластичности, МПа	565	326
Предел текучести, МПа	871	663
Объёмная доля γ' -фазы, %	41	48
Эквивалентный диаметр частиц γ' -фазы, мкм	1.1	1.3
Доля частиц γ' -фазы, имеющих глобулярную форму, %	53	48
Концентрация частиц γ' -фазы, 10^6 см^{-2}	43	36

Заключение

Проведённый с помощью разработанного автоматического компьютерного метода комплексный количественный расчёт параметров γ' -фазы материала лопатки 1-й ступени газовой турбины SGT-800 Siemens из сплава In792 с наработкой 24918 эквивалентных часов показал, что в процессе эксплуатации сплава наблюдаются увеличение объёмной доли и эквивалентного размера дисперсных частиц и уменьшение их концентрации. Это, в свою очередь, связано с одновременно происходящими в материале процессами коагуляции и растворения частиц. Данный вид изменения микроструктуры сплава ведёт к деградации эксплуатационных свойств материала, что подтверждается проведёнными механическими испытаниями. Эквивалентный диаметр частиц γ' -фазы коррелирует с фактической наработкой изделия и может быть принят в качестве критерия при оценке постэксплуатационного состояния материала. Форма частиц и величина разброса концентрации γ' -фазы в процессе эксплуатации меняются незначительно, что говорит о том, что данные параметры необходимо рассматривать лишь при контроле качества исходного изделия.

Библиографический список

1. Гецов Л.Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин. М.: Недра, 1996. 591 с.
2. Химушин Ф.Ф. Жаропрочные стали и сплавы. М.: Металлургия, 1969. 752 с.
3. Скуднов В.А., Чегуров М.К. Релаксация напряжений в металлах и сплавах: метод. пособие. Н. Новгород: Нижегородский государственный технический университет, 2010. 30 с.

4. Салтыков С.А. *Стереометрическая металлография*. М.: Металлургия, 1970. 375 с.

5. Казанский Д.А. Разработка критериев эксплуатационной надёжности для рабочих и направляющих лопаток современных газовых турбин // *Электрические станции*. 2012. № 2. С. 36-40.

6. Штремель М.А. *Прочность сплавов. Ч. 2. Деформация*. М.: МИСИС, 1997. 527 с.

MORPHOLOGICAL CHARACTERISTICS OF THE INTERMETALLIC PHASE OF HEAT RESISTING NICKEL ALLOYS

©2016

S. V. Kirikov postgraduate student, Institute of Mechanical Engineering Problems of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, Russian Federation, ksv.kirikov@yandex.ru

V. N. Perevezentsev Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Scientific Director of the Institute of Mechanical Engineering Problems of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, Perevezentsev@phys.unn.ru

Yu. P. Tarasenko Candidate of Science (Physics and Mathematics), Head of Laboratory, Institute of Mechanical Engineering Problems of the Russian Academy of Sciences, Nizhny Novgorod, Russian Federation, npktribonika@yandex.ru

The paper discusses the main stages of the automatic quantitative analysis of parameters of the γ' -dispersed phase in high-temperature polycrystalline nickel alloys and indicates their main difference from the standard methods of analyzing disconnected phases. We present 4 classes of characteristics of dispersed phase particles. These characteristics include the volume fraction, the dimensional parameters of particles and the spatial distribution parameters. For example, we calculated the parameters of the γ' -phase of a blade made of a heat resisting nickel alloy In792. The volume fraction and the equivalent diameter of the γ' -phase disperse particles increase in operation while their concentration decreases. These parameters of the γ' -phase change with changes in the mechanical properties of the alloy. The shape of the particles and the scatter of γ' -phase concentration change little in the process of operation.

Intermetallic phase; γ' -phase; disperse phase; dispersion system; quantitative metallography; heat resisting nickel alloys; guide vanes of gas turbine engines.

Citation: Kirikov S.V., Perevezentsev V.N., Tarasenko Yu.P. Morphological characteristics of the intermetallic phase of heat resisting nickel alloys. *Vestnik of Samara University. Aerospace and Mechanical Engineering*. 2016. V. 15, no. 4. P. 216-223. DOI: 10.18287/2541-7533-2016-15-4-216-223

References

1. Getsov L.B. *Materialy i prochnost' detaley gazovykh turbin* [Materials and strength of gas turbine components]. Moscow: Nedra Publ., 1996. 591 p.

2. Khimushin F.F. *Zharoprochnye stali i splavy* [Heat resisting steels and alloys]. Moscow: Metallurgiya Publ., 1969. 752 p.

3. Skudnov V.A., Chegurov M.K. *Relaksatsiya napryazheniy v metallakh i splavakh: metod. posobie* [Stress relaxation in metals and alloys]. Nizhny Novgorod: Nizhny Novgorod State Technical University Publ., 2010. 30 p.

4. Saltykov S.A. *Stereometricheskaya metallografiya* [Stereometric metallography]. Moscow: Metallurgiya Publ., 1970. 375 p.

5. Kazanskii D.A. Development of reliability criteria for rotor blades and guide vanes of contemporary gas turbines. *Power Technology and Engineering*. 2012. V. 46, no. 2. P. 149-152. DOI: 10.1007/s10749-012-0323-z

6. Shtremel' M.A. *Prochnost' splavov. Chast' 2. Deformatsiya* [Strength of alloys. Part 2. Deformation]. Moscow: MISIS Publ., 1997. 527 p.