

Научная статья

УДК 621.78.011

DOI: 10.36652/1684-1107-2022-20-3-138-143

Методика прогнозирования механических характеристик сплава 901 путем расчета объемной доли и размера частиц γ' -фазы после термической обработки

Алексей Викторович Пчельников^{1✉}, канд. техн. наук, Виктория Александровна Филякова²,
Александр Александрович Сидоров³

^{1, 2} АО "Ступинская металлургическая компания", Ступино, Россия, pchel'nikov@smk.ru✉

³ Московский государственный технологический университет "СТАНКИН", Москва, Россия

Аннотация. Рассмотрен вопрос прогнозирования механических свойств изделия при проектировании технологических процессов термической обработки Ni–Fe-сплава 901. Построена математическая модель процесса искусственного старения сплава, позволяющая рассчитывать объемную долю упрочняющей γ' -фазы и размер ее частиц в зависимости от температуры и времени старения и, следовательно, механические характеристики готового изделия. Приведена методика использования разработанной модели, которая является гибкой и может уточняться по мере накопления опытных данных с производства.

Ключевые слова: термическая обработка, фазовый состав, предел прочности, сплав 901, моделирование термической обработки, JMatPro

Для цитирования: Пчельников А.В., Филякова В.А., Сидоров А.А. Методика прогнозирования механических характеристик сплава 901 путем расчета объемной доли и размера частиц γ' -фазы после термической обработки // Заготовительные производства в машиностроении. 2022. Т. 20, № 3. С. 138–143. DOI: 10.36652/1684-1107-2022-20-3-138-143.

Original article

Method for predicting of mechanical properties of 901 alloy by calculating of volume fraction and particle size of γ' -phase after heat treatment

Aleksey V. Pchel'nikov^{1✉}, Viktoriya A. Filyakova², Aleksandr A. Sidorov³

^{1, 2} JSC "Stupino Metallurgical Company", Stupino, Russia, pchel'nikov@smk.ru✉

³ Moscow State University of Technology "STANKIN", Moscow, Russia

Abstract. The predicting issue the mechanical properties of the product in the design of technological processes for the heat treatment of Ni–Fe 901 alloy is considered. Mathematical model for the artificial ageing process of the alloy is constructed, which makes it possible to calculate the volume fraction of the strengthening γ' -phase and the size of its particles depending on the temperature and time of ageing and, therefore, mechanical characteristics of the finished product. Technique for using the developed model is presented, which is flexible and can be refined as experimental data from production is accumulated.

Keywords: heat treatment, phase composition, tensile strength, 901 alloy, modeling of heat treatment, JMatPro

Введение. Механические характеристики готовых изделий из сплавов на основе никеля зависят от структуры материала, формирующейся в процессе кристаллизации, деформации и последую-

щей многоступенчатой термической обработки. Термическая обработка стареющих никелевых сплавов (так называемых нимоников) позволяет сформировать в изделии требуемую структуру

и фазовый состав путем гомогенизационного отжига при температуре выше полного растворения всех упрочняющих фаз (1050...1100 °С), закалки с этой температуры и последующего искусственного старения. Количество и размер выделенных при термической обработке фаз определяют механические свойства изделия, а варьируя режим термической обработки, можно изменять фазовый состав и структуру сплава в широком диапазоне и, как следствие, механические свойства [1].

В процессе отжига и закалки в деформированном металле происходят процессы статической рекристаллизации и роста зерен γ -фазы [2–4], представляющей собой твердый раствор на основе Ni с гранецентрированной кубической неупорядоченной кристаллической решеткой, являющийся вязкой структурной составляющей. При последующей изотермической выдержке (искусственном старении) выделяются упрочняющие фазы. Основная упрочняющая фаза в стареющих никелевых сплавах — γ' -фаза (интерметаллидное соединение, часто сложного состава типа $(\text{Ni}, \text{Co})_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb}, \text{Ta})$) [5]. Изменяя температуру и длительность старения, можно сформировать требуемое соотношение крупных и мелких частиц γ' -фазы для получения необходимого уровня прочностных характеристик изделия.

Одним из сплавов, применяемых для изготовления дисков газовых турбин в АО "Ступинская металлургическая компания", является гетерофазный $(\gamma + \gamma')$ -сплав 901 следующего химического состава, % мас.: 40...45 Ni; 11...14 Cr; 5...7 Mo; 2,35...3,1 Ti; ≤ 1 Co; ≤ 1 Mn; $\leq 0,6$ Si; $\leq 0,5$ Cu; $\leq 0,35$ Al; остальное — Fe.

Типичный режим термической обработки этого сплава предполагает двухступенчатое старение. Температуры 1-й и 2-й ступеней старения могут варьироваться в диапазоне: 780...760 °С — для 1-й ступени и 720...705 °С — для 2-й ступени, время выдержки на каждой из ступеней также может быть различным, что в значительной степени определяет объемную долю γ' -фазы, размер ее частиц и, как следствие, механические характеристики сплава 901. В работе [6] представлено микроструктурное исследование этого сплава и определено, что γ' -фаза после старения представляет собой интерметаллидное соединение $(\text{Ni})_3(\text{Ti}, \text{Al})$ с размером частиц 2...40 нм.

Определение экономичного режима термической обработки, обеспечивающего нужные потребительские свойства конкретного изделия, — приоритетная для технолога задача, эффективным инструментом решения которой является построение гибкой математической модели технологического процесса, позволяющей прогнозировать эти свойства, и которую при этом можно легко корректировать по мере накопления производственных данных.

Цель работы — построение математической модели, отражающей корреляцию между объемной долей и размером частиц упрочняющей γ' -фазы, с помощью которой возможно прогнозировать механические характеристики сплава 901 на основе данных, характеризующих режим старения.

Определение основных параметров. Построение математической модели кинетики фазового превращения. Рост γ' -фазы на каждой из ступеней старения можно условно разделить на две стадии: стадия зарождения и диффузионного роста новых зерен γ' -фазы (далее — стадия зарождения) и стадия медленного роста зерен (без зарождения новых) γ' -фазы за счет уменьшения их плотности (так называемое огрубление).

Математическое описание кинетики трансформации микроструктуры сталей и сплавов было впервые предложено в 30-е годы прошлого века А.Н. Колмогоровым, когда он разработал модель изменения объемной доли аустенита в сталях на основе скорости зарождения и роста новой фазы. Однако наиболее часто цитируемые работы в этой области — это работы Джонсона, Мела и Аврамы.

Многие исследователи доказали [7, 8], что использование модели JMAK (Джонсона—Мела—Аврамы—Колмогорова), как принято называть уравнение (1), достаточно эффективно при моделировании изотермических превращений микроструктуры, в том числе выделения γ' -фазы из пересыщенного твердого раствора γ -фазы в никелевых сплавах:

$$f = 1 - \exp(-Kt^n), \quad (1)$$

где K — коэффициент, учитывающий влияние скорости зарождения и роста новой фазы; t — время; n — коэффициент, учитывающий возможную временную зависимость.

Функции скорости зарождения I и скорости роста ω новой фазы могут быть определены уравнениями простого (бездиффузионного) зарождения и роста [9, 10]:

$$I = N_V v \exp\left(-\frac{U + W}{RT}\right); \quad (2)$$

$$\omega = bv \frac{\Delta G}{RT} \exp\left(-\frac{U}{RT}\right), \quad (3)$$

где N_V — число потенциальных мест зарождения в единице объема; v — константа; U — энергия активации перехода атомов через межфазную границу; W — работа образования зародыша; ΔG — разность свободных энергий исходной и образующихся фаз; b — поправочный коэффициент; T — температура; R — универсальная газовая постоянная.

Уравнение (1) с учетом уравнений (2) и (3) может быть записано в виде классического уравнения А.Н. Колмогорова для кристаллизации расплавов железа при допущении, что зарождение частиц происходит однородно по объему образца, скорости зарождения новой фазы I и ее роста ω постоянны и рост происходит изотропно:

$$f = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} I \omega^3 t^n\right). \quad (4)$$

Скорость зарождения I , $\text{см}^{-3} \cdot \text{с}^{-1}$, показывает количество зерен новой фазы в единице объема, которые возникают в единицу времени, а скорость роста ω , $\text{см} \cdot \text{с}^{-1}$, — с какой скоростью новые зерна растут в трех направлениях пространства. Принято допущение, что частицы γ' -фазы растут равномерно во всех направлениях и имеют форму шара, т.е. изменение объема частицы будет далее описываться изменением ее эквивалентного диаметра. Чтобы уравнение (4) имело физический смысл, при условии однородного и изотропного роста новой фазы, значение коэффициента n должно быть равно 4, т.е. n фактически является показателем степени свободы уравнения и определяет наклон графика этой функции.

Если необходимо уменьшить число степеней свободы уравнения (4) и сделать кривую функции более пологой, то можно перейти от скорости роста ω к скорости роста объема ω_V частиц γ' -фазы, $\text{см}^3 \cdot \text{с}^{-1}$. Уравнение (4) тогда можно записать в виде:

$$f = 1 - \exp(-I \omega_V t^2). \quad (5)$$

Уравнение (5) не может быть окончательным для описания кинетики образования γ' -фазы, так как не учитывает, что при старении объемная

доля частиц γ' -фазы имеет предел насыщения, в частности для сплава 901 это 12...14 % от общего объема материала. Поэтому необходимо предусмотреть поправочный коэффициент h и таким образом уравнение (5) примет вид:

$$f = \left[1 - \exp(-I \omega_V t^2)\right] / h. \quad (6)$$

Диаграммы изотермической выдержки сплава 901, необходимые для определения исходных коэффициентов уравнения (6), могут быть получены экспериментально. В условиях промышленного производства эти диаграммы получают путем их расчета в коммерческой программе JMatPro. Данная программа основана на методе CALPHAD и позволяет рассчитывать фазовый состав, диаграммы изотермических превращений и другие свойства в зависимости от химического состава сплава [11].

На рис. 1 приведены диаграммы зарождения и роста частиц γ' -фазы при изотермической выдержке, рассчитанные в JMatPro, и результаты аппроксимации этих диаграмм уравнением (6). Полученные в ходе аппроксимации коэффициенты уравнения (6) представлены в табл. 1. Скорость зарождения γ' -фазы I определена методом обобщенного сопряженного градиента в MS Excel, а скорость роста объема ω_V — из расчета, что максимальный размер частиц γ' -фазы после стадии зарождения не превышает 20...21 нм по следующей зависимости:

$$\omega_V = \frac{1}{6} \pi D_{\max}^3 / \Delta t, \quad (7)$$

где Δt — отрезок времени, за который образуется максимально возможное для данного сплава и данной температуры количество частиц γ' -фазы; D_{\max} — максимальный эквивалентный

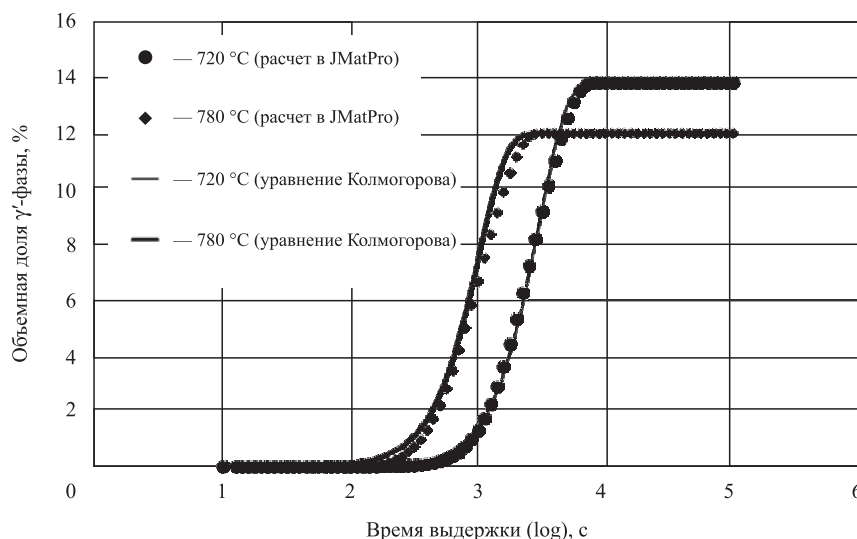


Рис. 1. Диаграммы зарождения и роста объемной доли частиц γ' -фазы при изотермической выдержке

1. Коэффициенты уравнения кинетики роста объемной доли γ' -фазы для сплава 901 при различных температурах старения

Температура старения, °C	I , см ⁻³ ·с ⁻¹	$\omega_{\gamma'}$, см ³ ·с ⁻¹	$h = 0,472T^{-2,5} - 0,03T + 35,654$
720	$7,6857 \cdot 10^{13}$	$1,4339 \cdot 10^{-21}$	7,24
740	$1,1473 \cdot 10^{14}$	$2,0255 \cdot 10^{-21}$	7,52
760	$1,6589 \cdot 10^{14}$	$2,8611 \cdot 10^{-21}$	7,88
780	$2,4087 \cdot 10^{14}$	$4,0414 \cdot 10^{-21}$	8,34

диаметр частицы γ' -фазы после стадии зарождения с учетом допущения, что частицы имеют сферическую форму.

Построение математической модели изменения размера частиц γ' -фазы. Расчет размера частиц γ' -фазы проводили отдельно для каждой стадии. Для стадии зарождения новых зерен из уравнения (7) можно получить формулу для определения эквивалентного диаметра частицы после фазового превращения, которая зародилась в момент времени t :

$$D_0 = \sqrt[3]{\frac{6\omega_{\gamma'}t}{\pi}}. \quad (8)$$

Для стадии огрубления, когда новых частиц γ' -фазы не образуется, а происходит рост уже образовавшихся в качестве базового было принято соотношение Лифшица—Слезова [14]:

$$\sqrt[3]{r_t^3 - r_0^3} = k\sqrt[3]{t}, \quad (9)$$

где r_t — радиус частицы в конечный момент времени t ; r_0 — начальный радиус частицы (в данном случае ее радиус в конце стадии зарождения); k — коэффициент скорости огрубления.

Уравнение (9) может быть записано в следующем, более удобном для последующих расчетов виде:

$$D_t = \sqrt[3]{8k^3t + D_0^3}, \quad (10)$$

где D_0 , D_t — эквивалентные диаметры частиц γ' -фазы после окончания фазового превращения при старении и после старения в целом соответственно (после окончания стадии огрубления).

Коэффициент скорости огрубления в лабораторных условиях может быть определен экспериментально [12]. В условиях промышленного производства для сплава 901 этот коэффициент определен расчетным образом с помощью JMatPro и встроенной в нее модели Coarsening, подробное описание которой приведено в работе [13]. Усредненное значение этого коэффициента принято равным $2,6 \cdot 10^{-8}$.

Результаты и их обсуждение. Расчет объемной доли и размера частиц γ' -фазы по разработанной математической модели. Как было указано ранее,

рост объемной доли и размера частиц γ' -фазы при старении можно условно разделить на две стадии: стадия зарождения новых частиц γ' -фазы и стадия их огрубления. На рис. 2 и 3 приведены результаты расчета по предлагаемой математической модели для каждой из этих стадий соответственно.

На рис. 2 представлено расчетное распределение размера частиц γ' -фазы в процентном соотношении от их общего объема для старения при температурах 720 и 780 °C после завершения стадии зарождения. Расчет объемной доли частиц γ' -фазы проведен по уравнению (6).

Определив объемную долю f в момент времени t , т.е. получив график, аналогичный представленному на рис. 1, для каждого момента времени t с шагом $\Delta t/10$ по уравнению (8) определили размер D_0 образовавшейся частицы. Максимальный размер имеют частицы γ' -фазы, зародившиеся в начальный момент времени, а минимальный — ближе к окончанию фазового превращения и выполаживанию графика, описывающего его кинетику.

Средний размер частицы γ' -фазы (\bar{D}_0 для стадии зарождения и \bar{D}_t для стадии огрубления) может быть определен таким образом по правилу смеси, т.е. перемножением размера частицы, образовавшейся в определенный момент времени, на его долю в общем объеме γ' -фазы. Из рис. 2 видно, что средний размер частиц γ' -фазы при выдержке при температуре 780 °C несколько выше, чем при выдержке при температуре 720 °C, что хорошо коррелирует с производственными наблюдениями.

Далее по уравнениям (6)—(8) и (10) были построены графики распределения размера частиц γ' -фазы в процентном соотношении от их общего объема после старения (т.е. после завершения стадии огрубления) при различных температурах (720 и 780 °C) и времени выдержки (рис. 3).

Экспериментальное определение предела прочности сплава 901 в зависимости от режимов старения. Для того чтобы привязать значения объемной доли γ' -фазы и размера ее частиц к конкретным механиче-

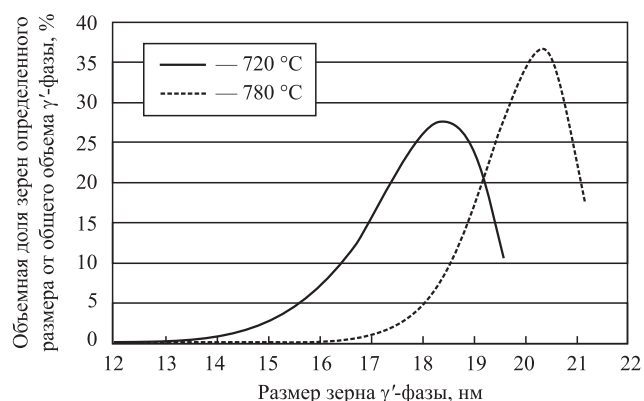
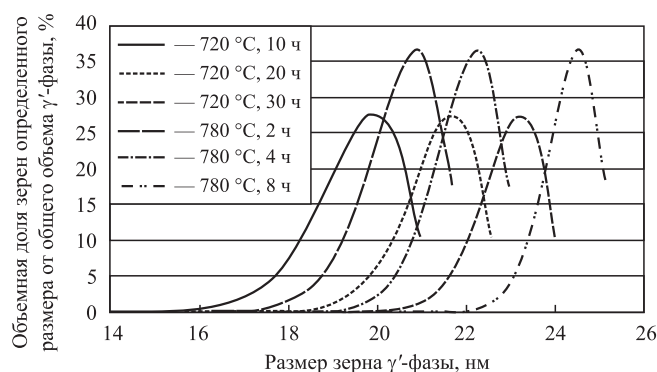


Рис. 2. Размеры частиц γ' -фазы после стадии зарождения

Рис. 3. Размеры частиц γ' -фазы после старения

ским свойствам изделия, была проведена серия экспериментов по определению предела прочности сплава 901 после различных режимов термической обработки.

Для этого из слитка вырезали темплеты, выдерживали их при температуре 1100 °C с последующим остыванием на воздухе. Далее образцы подвергали старению при различных температуре и времени выдержки. Из темплетов изготавливали по два стандартных образца и проводили испытания на растяжение при комнатной температуре. Результаты испытаний и расчетные значения объемной доли и размера частиц γ' -фазы приведены в табл. 2.

По приведенным результатам расчетов и испытаний на растяжение была построена грубая эмпирическая модель зависимости предела прочности σ_b от объемной доли γ' -фазы и среднего размера ее частиц после старения:

$$\sigma_b = \sigma_0 + (0,3f\bar{D}_t^{0,93})\sigma_0, \quad (11)$$

где σ_0 — предел прочности γ' -фазы, учитывающий в том числе размер ее зерна после деформации.

Результаты расчета по формуле (11) в сравнении с экспериментальными значениями предела прочности при известных режимах термической обработки приведены в табл. 2, а также на рис. 4.

Методика использования разработанной математической модели. Разработанная математи-

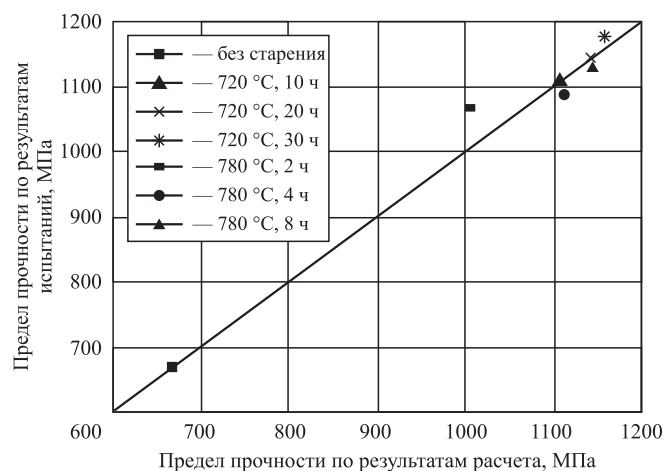


Рис. 4. Сравнение результатов расчета предела прочности образцов из сплава 901 с результатами испытаний на растяжение

ческая модель процесса термической обработки сплава 901 предполагает от ее пользователя следующий порядок действий:

1. Построение графика изменения объемной доли γ' -фазы f по уравнению (6) с коэффициентами из табл. 1 для 1-й ступени старения.

2. Определение отрезка времени Δt , на котором происходят зарождение и интенсивный диффузионный рост γ' -фазы (т.е. максимальное и минимальное значения переменной t из уравнения (6), при которой объемная доля γ' -фазы f минимальна и максимальна соответственно).

3. Дискретизация отрезка времени Δt (на 10 или более шагов t_i) и расчет объемной доли γ' -фазы f в момент времени t_i .

4. Расчет по уравнению (8) эквивалентного диаметра D_0 частицы γ' -фазы, зародившейся в момент времени t_i (размер частиц γ' -фазы после стадии зарождения).

5. Расчет по уравнению (10) эквивалентного диаметра D_t частицы γ' -фазы, зародившейся в момент времени t_i (размер частиц γ' -фазы после стадии огрубления).

2. Результаты испытаний на растяжение образцов при различных режимах термической обработки

Температура старения, °С	Время старения, ч	Расчетное количество γ' -фазы, %	Расчетный средний размер γ' -фазы \bar{D}_t , нм	Предел прочности, МПа	
				по результатам испытаний	по результатам расчета
Без старения		0	0	667	667
720	10	13,81	19,57	1108	1106,16
	20		21,41	1143	1144,43
	30		22,98	1159	1176,91
780	2	11,99	20,58	1006	1066,55
	4		21,97	1112	1091,59
	8		24,32	1145	1133,67

3. Результаты расчета объемной доли и среднего размера частиц γ' -фазы сплава 901 и его предела прочности после различных режимов термической обработки

Режим термической обработки				Расчетное количество γ' -фазы, %		Расчетный средний размер γ' -фазы, нм			Расчетный предел прочности, МПа	
1-я ступень		2-я ступень		после 1-й ступени	после 2-й ступени	после 1-й ступени	после 2-й ступени	после термо-обработки		
$T, ^\circ\text{C}$	$t, \text{ч}$	$T, ^\circ\text{C}$	$t, \text{ч}$							
780	8	720	30	11,99	13,81	24,32	24,11	24,29	1204,19	
	2		10			20,58	21,10	20,64	1128,70	
760	8		30	12,70		13,30	23,52	24,11	23,56	1189,20
	2		10				20,96	21,10	20,97	1135,43
	8	30	23,52		27,15		21,24	1172,00		
	2	740	10		20,96		22,92	21,04	1119,48	

6. Определение по правилу смеси среднего эквивалентного диаметра \bar{D}_i частиц γ' -фазы в конце 1-й ступени старения (в конце стадии огрубления на 1-й ступени старения).

7. Повторение пунктов 1—6 для 2-й ступени старения.

8. Определение по правилу смеси среднего эквивалентного диаметра \bar{D}_i частиц γ' -фазы после обеих ступеней старения.

9. Расчет по уравнению (11) предела прочности изделия после термической обработки.

В табл. 3, в качестве иллюстрации использования изложенной методики, приведены расчетные значения количества и среднего размера частиц γ' -фазы сплава 901 и предела прочности для сплава 901 после некоторых режимов. Большая часть γ' -фазы образуется на 1-й ступени старения, на 2-й ступени старения общий средний размер частиц может быть скорректирован за счет возникновения некоторого их дополнительного объема, средний размер которого может быть больше или меньше, чем на 1-й ступени.

Заключение. Предложенная методика позволяет рассчитать долю и средний размер частиц γ' -фазы на основе данных, характеризующих режим старения, а по этим значениям — предел прочности изделия готового изделия. Полученная в результате математическая модель является гибкой и может в будущем уточняться по мере накопления данных с производства.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. **Суперсплавы II.** Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. В 2 книгах / под редакцией Ч.Т. Симса, Н.С. Столофа, У.К. Хагеля; [перевод с английского / под редакцией Р.Е. Шалина]. Москва: Металлургия, 1995. 768 с.
2. **Galindo-Nava E.I., Rivera-Diaz-del-Castillo P.E.J.** Grain size evolution during discontinuous dynamic recrystallization // Scripta Materialia inc. Feb. 2014. P. 1—4. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.09.020.
3. **Momeni A.S., Abbasi M., Morakabati M. et al.** Dynamic recrystallization behavior and constitutive analysis of Incoloy 901 under hot working condition //

Materials Science and Engineering: A. Oct. 2014. No. 6. P. 51—60.

4. **Сидоров А.А., Алимов А.И.** Компьютерное моделирование эволюции микроструктуры никелевых сплавов в процессе горячей обработки давлением // Инновационные технологии в металлургии и машиностроении: материалы 6-й Международной молодежной научно-практической конференции "Инновационные технологии в металлургии и машиностроении. Уральская научно-педагогическая школа имени профессора А.Ф. Головина", г. Екатеринбург, 29 октября — 1 ноября 2012 г. Екатеринбург: Урал. ун-т, 2013. С. 142—145.

5. **Масленков С.Б.** Жаропрочные стали и сплавы. Москва: Металлургия, 1983. 192 с.

6. **Frank R.B., Mahidhara R.K.** Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of alloy 901 // Superalloys. 1988. P. 23—32. DOI: 10.7449/1988/SUPER-ALLOYS-1988-23-32.

7. **Verdi C., Visintin A.** A mathematical model of the austenite-pearlite transformation in plain carbon steel based on the Scheil's additivity rule // Acta Metallurgica. 1987. No. 35/11. P. 2711—2717.

8. **Урцев В.Н., Окишев К.Ю., Мирзаев Д.А. и др.** Кинетические закономерности образования перлита из аустенита, подвергнутого деформации // Вестник ЮУрГУ. 2006. № 10. С. 90—95.

9. **Окишев К.Ю.** Математическое описание и расчет кинетики фазовых превращений в сплавах железа // Международная научно-техническая школа-семинар металлургов — молодых ученых. Международная школа для молодежи. Металловедение и металлофизика легких сплавов. 2015. URL: <http://conf.tofm-urfu.ru/documents/plenary-lectures/2015> (дата обращения: 16.08.2021).

10. **Окишев К.Ю.** Теория и моделирование фазовых превращений и структура фаз в сплавах железа: автореферат диссертации на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. Челябинск, 2013. 41 с.

11. **Saunders N.** Phase diagram calculations for Ni-based superalloys // Superalloys. 1996. P. 101—110. DOI: 10.7449/1996/Superalloys_1996_101_110.

12. **Ma Y., Ardell A.J.** Coarsening of γ (Ni—Al solid solution) precipitates in a γ' (Ni₃Al) matrix // Acta materialia. 2007. Vol. 55, no. 13. P. 4419—4427.

13. **Li X., Saunders N., Miodownik A.P.** The coarsening kinetics of γ' particles in nickel-based alloys // Metallurgical and Materials Transactions A. 2002. Vol. 33, no. 11. P. 3367—3373.

Статья поступила в редакцию 16.01.2022; одобрена после рецензирования 03.02.2022; принята к публикации 03.02.2022.