

## ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА ЭП962П

**В.В. Вьюхин, А.Г. Тягунов, Е.Е. Барышев, Г.В. Тягунов, Т.К. Костина**

Изучены температурные зависимости структурно-чувствительных свойств сплава ЭП962П в жидком состоянии. Исследовано влияние температуры максимального нагрева расплава и скорости охлаждения в жидком состоянии. На основании результатов анализа предложен режим получения порошка методом распыления вращающегося электрода. Показано, что предлагаемая технология получения порошка позволяет повысить его качество.

*Ключевые слова:* расплав, свойства, распыление, порошок, жаропрочный сплав, структура.

Жаропрочный гранулируемый никелевый сплав ЭП962П разработан для производства тяжело нагруженных деталей авиакосмической и энергетической техники, работающих при температурах до 750 °С. Высокие служебные свойства, в том числе длительная прочность и сопротивление малоцикловой усталости, достигаются как в результате легирования сплава, так и вследствие применения оптимальной технологии получения порошка и его последующего компактирования [1].

Последовательность этапов производства деталей из сплава ЭП962П состоит в следующем: выплавка в вакуумно-индукционных печах специальных заготовок-электродов, получение порошка методом распыления вращающегося электрода, горячее изостатическое прессование (ГИП) порошка и термообработка готовых изделий.

Для реализации преимуществ, открываемых металлургией гранул, необходимо знание закономерностей формирования структуры на всех этапах технологического прогресса.

В структуре сплава в литом состоянии кроме равномерно распределенных частиц вторичной  $\gamma'$ -фазы в матрице и карбидов (карбоборидов, карбонитридов) со стехиометрией  $\text{Me}_6\text{C}$  и  $\text{MeC}$  содержится до трех типов эвтектических составляющих.

Основными недостатками литого сплава ЭП962П являются структурная и химическая ликвационная неоднородность, наличие грубых глобул эвтектики ( $\gamma + \gamma'$ ), колоний карбидов в виде «китайских иероглифов». Такая неоднородная структура отливки зачастую приводит к браку по трещинам, оказывает решающее влияние на все процессы, происходящие при последующем диспергировании расплава и компактировании заготовки. Необходимо заметить, что применяемый для сплава ЭП962П метод центробежного распыления вращающейся заготовки требует высокого качества исходного литого металла вследствие наследования гранулами структурной и химической неоднородности выплавленного слитка. При этом существенная микрохимическая неоднородность наблюдается даже в готовых компактиро-

ванных изделиях из гранул. В частности, на поверхности гранул в процессе их длительного нагрева при ГИП образуется сетка, образованная дисперсными карбидами типа  $\text{MeC}$  и колониями эвтектики на основе  $\gamma$ - и  $\gamma'$ -фаз. Появление такой «сетки» приводит к межгранульному разрушению сплавов и, тем самым, существенному снижению их механических и эксплуатационных характеристик [2].

Одним из способов повышения качества порошка является проведение термовременной обработки (ТВО) расплава на стадии вакуумно-индукционного переплава при изготовлении электродов [3].

С целью определения оптимального режима ТВО изучены температурные зависимости удельного электросопротивления  $\rho$  и кинематической вязкости  $\nu$  сплава ЭП962П в жидком состоянии. Удельное электросопротивление  $\rho$  измеряли бесконтактным методом, а кинематическую вязкость  $\nu$  – методом крутильных колебаний.

Результаты исследования удельного электросопротивления (рис. 1) показывают, что после расплавления образца абсолютные значения  $\rho$  с ростом температуры до  $t_1$  изменяются незначительно. В интервале  $t_1 - t_k$  наблюдается резкое увеличение  $\rho$ . Дальнейший рост температуры вновь приводит к незначительному и монотонному возрастанию электросопротивления. Политерма охлаждения сплава линейна при температурах ниже критической. При этом, начиная с  $t_k$ , наблюдается гистерезис политерм.

На рис. 1 приведены также политермы кинематической вязкости. Абсолютные значения  $\nu$  при нагреве сплава ниже  $t_k$  и последующем охлаждении совпадают, а вид политерм соответствует экспоненциальному закону. В области вблизи  $t_k$  происходит скачкообразное увеличение  $\nu$ . При этом абсолютные значения  $\nu$  при охлаждении имеют большую величину, чем при нагреве.

С целью отработки режима ТВО расплава, обеспечивающего получение слитков с однофазным распределением легирующих элементов и упрочняющих фаз, проведены опытные плавки в

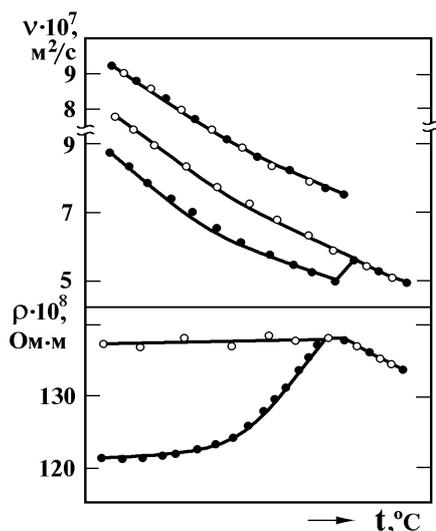


Рис. 1. Температурные зависимости кинематической вязкости и удельного электросопротивления жаропрочного сплава ЭП962П: • – нагрев; о – охлаждение

вакуумно-индукционной печи. Температура максимального нагрева расплава выбиралась выше и ниже критической. Время выдержки расплава при максимальной температуре и температуру металла в печи перед разливкой поддерживали постоянными.

Металлографические исследования микроструктуры образцов, выплавленных по разным режимам, выявили значительные отличия в морфологии, размерах и количестве карбидов и эвтектики.

Так, нагрев расплава до  $t_k$  по сравнению с традиционной технологией приводит к уменьшению в структуре литого металла количества карбидов с 1,6 до 1,1 об. %, а их морфология меняется от колоний «китайских иероглифов» к отдельным выделениям более правильной округлой формы. Содержание эвтектической фазы увеличивается с 3,8 до 4,4 об. %, но размеры ее колоний уменьшаются. Нагрев расплава существенно выше  $t_k$  оказывает неблагоприятное воздействие на структуру твердого металла: вновь укрупняются карбидные и эвтектические колонии, увеличивается их объемная доля в сплаве. Установлено, что температура максимального нагрева расплава практически не влияет на количество вторичной  $\gamma'$ -фазы – оно остается неизменным на уровне 50 об. %. Микротвердость матрицы линейно растет с увеличением температуры нагрева расплава.

При выплавках в вакуумно-индукционных печах обычная скорость охлаждения расплава составляет 20–30 °/мин. Однако имеется возможность регулирования скорости охлаждения в широком диапазоне путем изменения мощности печи или введения в расплав литниковых отходов выплавляемого сплава. Поэтому изучалось влияние

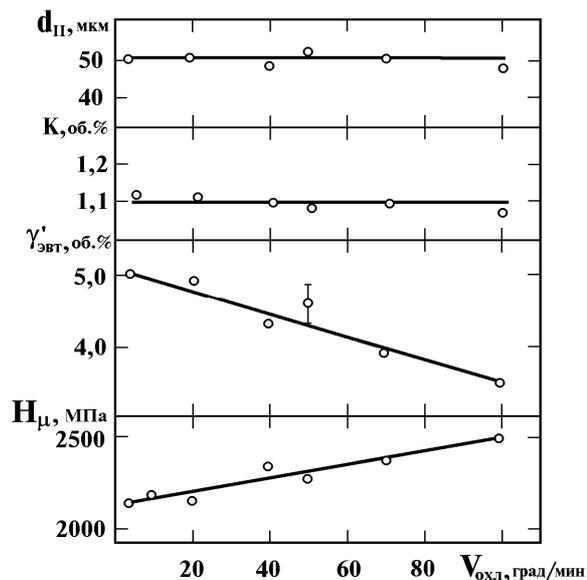


Рис. 2. Влияние скорости охлаждения в жидком состоянии на параметры структуры сплава ЭП962П в литом состоянии

скорости охлаждения жидкого металла после его термовременной обработки на структуру отливки. Методика проведения плавок заключалась в следующем: расплав нагревался до  $t_k$ , выдерживался при этой температуре 10 мин, охлаждался с заданной скоростью до  $t_L + 20$  °C и далее кристаллизовался с постоянной контролируемой скоростью. Скорости охлаждения расплава составляли 2–3, 20, 40, 50, 70 и 100 °/мин.

На полученных образцах провели металлографический анализ (рис. 2). Оказалось, что скорость охлаждения образца в жидком состоянии не влияет на количество карбидов  $K$  и расстояние между вторичными осями дендритов  $d_{II}$  в твердом металле. Определенное изменение претерпевает объемная доля эвтектики  $\gamma'_{эвт}$ , уменьшаясь с 5,0 об. % при скорости охлаждения расплава 2–3 °/мин до 3,5 об. % при 100 °/мин. Морфология эвтектических и карбидных выделений не меняется. С увеличением скорости охлаждения расплава перед кристаллизацией возрастает микротвердость матрицы  $H_{ц}$  с 2100 до 2500 МПа.

Таким образом, термовременная обработка расплава, сопровождающаяся регулированием скорости его охлаждения, позволяет в большей степени реализовывать возможности сплава ЭП962П.

На основании этих результатов разработан режим термовременной обработки расплава ЭП962П с регулируемой скоростью охлаждения до температуры заливки. В условиях промышленного производства выплавлены заготовки для последующего распыления методом вращающегося электрода по серийной (без ТВО) и опытной (с ТВО) технологиям. Скорость вращения заготовки при диспергировании составила  $10^4$  об/мин.

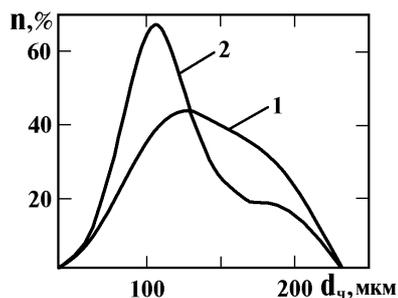


Рис. 3. Гранулометрический состав порошка сплава ЭП962П после распыления: 1 – традиционная технология; 2 – технология с ТВО расплава

На рис. 3 представлен гранулометрический состав порошка после распыления. Отметим, что опытная технология увеличивает выход порошка используемой фракции (от 50 до 100 мкм) примерно на 25–30 %. Обработка результатов рассева по методу Розина–Раммлера позволила аналитически описать их гранулометрический состав. Так для порошка, полученного по опытной технологии, зависимость имеет вид:

$$R(d) = 100 e^{-(d/124)^{4,33}};$$

для серийного порошка:

$$R(d) = 100 e^{-(d/135)^{4,04}}.$$

Анализ полученных зависимостей свидетельствует о повышении однородности частиц опытного порошка.

Результаты металлографического исследования (рис. 4) показывают:

- частицы порошка имеют в основном сферическую форму, но в порошке, полученном по существующей технологии, обнаружено налипание мелких частиц на более крупные. Порошок опытной технологии не имеет таких недостатков;

- микроструктура порошка имеет типичное дендритное строение. Расстояние между вторичными осями дендритов  $d_{II}$  линейно возрастает с повышением размера частиц независимо от технологии их получения. Однако в опытном порошке она более дисперсна (см. рис. 4);

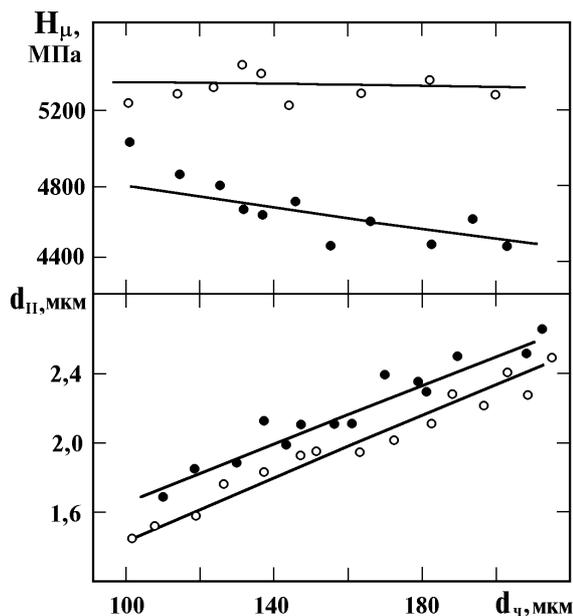


Рис. 4. Влияние размера частиц на их микротвердость и дендритный параметр: • – традиционная технология; о – предлагаемая технология

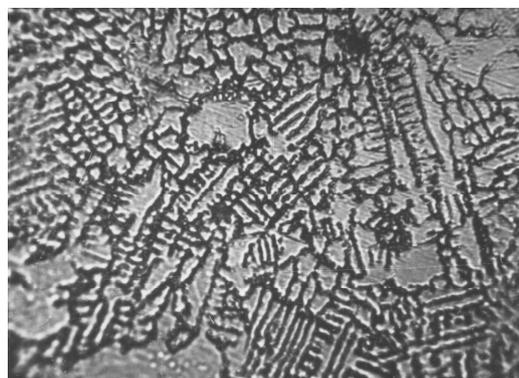
- микротвердость частиц порошка, полученного по опытной технологии, выше для всех изученных фракций порошка и не зависит от размеров. Микротвердость гранул серийной технологии уменьшается с увеличением размера частиц (см. рис. 4);

- в структуре частиц порошка, полученного по существующей технологии, часто встречаются карбиды и карбонитриды с размерами, близкими к размерам фаз в структуре литого металла. Кроме того, иногда в частицах обнаруживаются участки с недендритной структурой. Они идентифицируются как фрагменты осей дендритов электродов, нерасплавившихся в ходе распыления (рис. 5, а). В опытном металле подобных дефектных частиц практически нет (рис. 5, б).

Для объяснения полученных различий в структуре и свойствах порошка, полученного по разным технологиям, рассмотрим подробнее про-



а)



б)

Рис. 5. Микроструктура частиц порошка сплава ЭП962П,  $\times 100$ : а – традиционная технология; б – предлагаемая технология

цесс получения порошка. Механизм распыления жидкого металла можно представить в следующем виде [4–7]: пленка расплава в кратере распыления под действием центробежных сил устремляется к периферии заготовки. Струи жидкого металла движутся по поверхности кратера по спиралевидным кривым, определяемым силой трения между слоями расплава и твердожидкой подложкой и центробежной силой. При подходе расплава к краю заготовки на срезе торца образуется кольцо (или венец) жидкого металла, выходящее за пределы диаметра заготовки и удерживаемое на ней силами поверхностного натяжения. Диаметр венца тем больше, чем меньше центробежные силы, развивающиеся при вращении заготовки, и больше поверхностное натяжение.

По мере дальнейшего поступления расплава наступает момент, когда влияние возмущений и действие сил поверхностного натяжения приводит к формированию из отдельных участков венца сферических головок, отрывающихся затем под действием центробежных сил в виде капель примерно одного размера.

После отрыва сферической головки-капли от венца остаток перемычки под действием сил поверхностного натяжения втягивается в жидкое кольцо, но не полностью, так как вновь подошедший жидкий металл образует достаточный для каплеобразования венец, и процесс повторяется. При отрыве от венца расплавленные частицы разлетаются по определенным траекториям, их размер прямо пропорционален толщине жидкой пленки в кратере заготовки.

Если предположить, что дробление расплава происходит на внешней кромке вращающегося электрода, следует заключить, что в идеальном случае будут образовываться капли одного размера  $d$ , который можно определить, рассматривая условия равновесия между центробежной силой, стремящейся оторвать каплю с поверхности электрода, и удерживающей ее силой поверхностного натяжения расплава [4, 7]:

$$d = \frac{\sqrt{12\eta}}{\omega} \left( \frac{\sigma}{D d_p} \right)^{1/2},$$

где  $\omega$  – угловая скорость вращения электрода;  $d_p$  – плотность расплава;  $\sigma$  – поверхностное натяжение расплава;  $D$  – диаметр электрода;  $\eta$  – эмпирический коэффициент, учитывающий конструктивные особенности установки, как правило,  $0,8 < \eta < 1,0$ .

В проводимых расчетах предполагается, что плотность и поверхностное натяжение имеют одинаковые значения по сечению и высоте электрода, используемого для распыления порошка. Однако высоколегированные жаропрочные никелевые сплавы характеризуются существенной ликвационной неоднородностью [1, 2], что приводит к значительным различиям химического состава в

центре и на периферии электрода, а следовательно, и к изменениям значений, характера поведения температурных зависимостей физических свойств расплава, температур фазовых переходов, формированию на поверхности отливок таких дефектов, как «поверхностные карбиды» [8]. Такая неоднородность может привести в ходе распыления к существенному отклонению частиц порошка по размерам, наличию в частицах нерасплавившихся фрагментов твердого металла, карбидных и карбонитридных включений, существенному отличию свойств частиц разных фракций.

Применение термовременной обработки расплава для жаропрочных никелевых сплавов позволяет формировать более однородную и мелкодисперсную структуру, снижать коэффициенты ликвации легирующих элементов, равномерно распределять избыточные фазы по сечению отливок и слитков, улучшать служебные свойства [9]. Последующее распыление выплавленных по режиму с ТВО расплава электродов с однородной структурой позволяет получить порошок высокой однородности с хорошими технологическими свойствами.

Таким образом, по результатам исследования удельного электросопротивления и кинематической вязкости жаропрочного сплава ЭП962П в жидком состоянии и металлографическому анализу твердого металла разработан режим термовременной обработки расплава, внедрение которого позволило повысить качество литого металла и распыленного порошка, а также увеличить выход годной фракции.

#### Литература

1. Еременко, В.И. Структура и механические свойства жаропрочных гранулируемых никелевых сплавов / В.И. Еременко, Н.Ф. Аношкин, О.Х. Фаткуллин // *Металлургический журнал*. – 1991. – № 12. – С. 5–8.
2. Белов, А.Ф. Формирование структуры и свойств никелевых сплавов в процессе получения изделий из гранул / А.Ф. Белов, Н.Ф. Аношкин, О.Х. Фаткуллин // *Сталь*. – 1981. – № 11. – С. 78–83.
3. Жидкая сталь / Б.А. Баум, Г.А. Хасин, Г.В. Тягунов и др. – М.: *Металлургия*, 1984. – 208 с.
4. Мусиенко, В.Т. Механизм образования гранул при центробежном распылении вращающейся заготовки и расчет дисперсности частиц получаемого порошка / В.Т. Мусиенко // *Новые методы получения металлических порошков*. – Киев, 1981. – С. 54–60.
5. Центробежное распыление металлических расплавов с охлаждением частиц в жидкой среде / В.Л. Гиринов, Ю.Н. Сигачев, Е.Д. Орлов, Ю.Л. Сапожников // *Порошковая металлургия*. – 1985. – № 12. – С. 1–6.
6. Zhao, Y.Y. Analysis of flow development in centrifugal atomization. Pt. 1 / Y.Y. Zhao // *Modell. And Simul. Mater. Sci. and Eng.* – 2004. – Vol. 12, № 5. – P. 959–971.

7. Zhao, Y.Y. *Analysis of flow development in centrifugal atomization. Pt. 2 / Zhao Y.Y. // Modell. And Simul. Mater. Sci. and Eng. – 2004. – Vol. 12, № 5. – P. 973–983.*

8. *Исследование структурной и химической неоднородности при отливке слитков малого диаметра из сплавов на основе никеля / О.Х. Фаткуллин, А.А. Офицеров, Н.Л. Властова, Т.А. Му-*

*хина // Процессы разлики, модифицирования и кристаллизации сплавов. – Волгоград, 1990. – С. 106–107.*

9. *Барышев, Е.Е. Влияние структуры расплава на свойства жаропрочных никелевых сплавов в твердом состоянии / Е.Е. Барышев, А.Г. Тягунов, Н.Н. Степанова. – Екатеринбург: УрО РАН, 2010. – 198 с.*

**Вьюхин Владимир Викторович**, инженер исследовательского центра физики металлических жидкостей, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург); v.v.vyukhin@ustu.ru.

**Тягунов Андрей Геннадьевич**, канд. техн. наук, заведующий кафедрой полиграфии и веб-дизайна, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург); adi8@yandex.ru.

**Барышев Евгений Евгеньевич**, д-р техн. наук, заведующий кафедрой безопасности жизнедеятельности, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург); e.e.baryshev@ustu.ru.

**Тягунов Геннадий Васильевич**, д-р техн. наук, профессор кафедры безопасности жизнедеятельности, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург); g.v.tyagunov@ustu.ru.

**Костина Татьяна Кирилловна**, канд. техн. наук, доцент кафедры физики, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург); vand@r66.ru.

*Поступила в редакцию 3 марта 2014 г.*

---

**Bulletin of the South Ural State University  
Series “Metallurgy”  
2014, vol. 14, no. 2, pp. 15–20**

---

## **TECHNOLOGICAL REGIME OPTIMIZATION OF EP962P SUPERALLOY POWDER PRODUCTION**

**V.V. V'yukhin**, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation, v.v.vyukhin@ustu.ru,

**A.G. Tyagunov**, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation, adi8@yandex.ru,

**E.E. Baryshev**, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation, e.e.baryshev@ustu.ru,

**G.V. Tyagunov**, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation, g.v.tyagunov@ustu.ru,

**T.K. Kostina**, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russian Federation, vand@r66.ru

The temperature dependences of structure-sensitive properties of the alloy EP962P have been studied. The influence of maximum melt heating temperature and the melt cooling rate in the liquid state have been investigated. Based on the results of the analysis the mode of powder spraying by rotating electrode has been proposed. The proposed technology of powder production improves its quality.

*Keywords: melt, properties, spraying, powder, superalloy, structure.*

---

### References

1. Eremenko V.I., Anoshkin N.F., Fatkullin O.Kh. Structural and Mechanical Properties of Heat-Resistant Granular Nickel Alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 1991, vol. 33, no. 12, pp. 895–901. doi: 10.1007/BF00777157.
2. Belov A.F., Anoshkin N.F., Fatkullin O.Kh. [Formation of Structure and Properties of Nickel Alloys During Production of Parts from Granules]. *Stal'* [Steel], 1981, no. 11, pp. 78–83. (in Russ.)
3. Baum B.A., Khasin G.A., Tyagunov G.V. *Zhidkaja stal'* [Liquid Steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1984. 208 p.
4. Musienko V.T. [The mechanism of Formation of Granules During Centrifugal Atomization of Rotated Electrode and Calculation of Dispersity of Formed Powder Particles]. *Novye metody poluchenija metallicheskih poroshkov* [New Methods of Metal Powder Production]. Kiev, 1981, pp. 54–60.
5. Girshov V.L., Sigachev U.N., Orlov E.D., Sapozhnikov U.L. [Centrifugal Atomization of Metal Melts with the Particles Cooling in Liquid Medium]. *Poroshkovaya metallurgiya* [Powder Metallurgy], 1985, no. 12, pp. 1–6. (in Russ.)
6. Zhao Y.Y. Analysis of Flow Development in Centrifugal Atomization. Pt. 1. // *Modell. and Simul. Mater. Sci. and Eng.*, 2004, vol. 12, no. 5, pp. 959–971.
7. Zhao Y.Y. Analysis of Flow Development in Centrifugal Atomization. Pt. 2. // *Modell. and Simul. Mater. Sci. and Eng.*, 2004, vol. 12, no. 5, pp. 973–983.
8. Fatkullin O.H., Ofitserov A.A., Vlastova N.L., Mukhina T.A. [Investigation of Structural and Chemical Inhomogeneity During Low Diameter Casting from Nickel Base Alloys]. *Processy razlivki, modifitsirovaniya i kristallizatsii splavov* [Casting, Modifying and Crystallization Processes of Alloys]. Volgograd, 1990, pp. 106–107. (in Russ.)
9. Baryshev E.E., Tyagunov A.G., Stepanova N.N. *Vliyanie struktury rasplava na svoystva zharoprochnykh nikelovykh splavov v tverdom sostoyanii* [Influence of Melt Structure on the Properties of Superalloys in Solid State]. Yekaterinburg, Ural Branch RAS Publ., 2010. 198 p.

*Received 3 March 2014*