Інертні гази та утворення пор в гранулах жароміцних сплавів

Ю. Ф. Терновий, доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри металургії,
ferrous.metals@ukr.net, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1078-4430>

С. А. Воденніков*, доктор технічних наук, професор, професор,
кафедри машин та технології ливарного виробництва, s_vodennikov@i.ua,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5563-5244>

О. С. Воденнікова, кандидат технічних наук, доцент, доцент кафедри металургії,
oksana_vodennikova@ukr.net, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3747-2779>

Запорізький національний університет, Запоріжжя

*Національний університет «Запорізька політехніка», Запоріжжя

Застосовано комплексний підхід до проведення узагальнення та аналізу науково-технічної літератури з напрямку удосконалення технологічних процесів розплення металевих розплавів. Виконано обробку експериментальних даних визначення кількості аргону на різних стадіях отримання жароміцного сплаву ЭП975МП. Проведено мікроструктурний аналіз жароміцних сплавів на основі нікелю, отриманих методом газового та відцентрового розплення. Показано значне підвищення масової частки аргону в розплаві при витримці в печі перед газовим або відцентровим розпленням. Показано відсутність захоплення інертного газу розпленими рідкими частинками при відцентровому розпленні на відміну від процесу газового розплення. Результати дослідження свідчать про відсутність «розчинення» Ar або суміші Ar-He в рідкому або твердому стані при рівні аргону до $1 \cdot 10^{-4}$ % мас. Встановлено що відцентрове розплення металевих розплавів дозволяє при відносно невеликих енергозатратах отримати компактні порошки з малим розкидом частинок за розмірами. Відзначено також, що аргон захоплюється металом тільки в процесі руху по диску, а не за рахунок слабкої газодинамічної взаємодії газу безпосередньо на краплі розплаву, тому після впуску аргону в камеру печі його кількість в металі збільшується, а при подальшому відцентровому розпленні не змінюється, порівняно з газовим розпленням. Знайдена технологічна можливість суттєвого зменшення кількості газових пор та масової частки інертного газу в жароміцних сплавах на основі нікелю. Отримані методом газового та відцентрового розплення жароміцні сплави на основі нікелю дозволяють підвищити якість виробів для авіаційної промисловості, їхню надійність при експлуатації в екстремальних умовах.

Ключові слова: газове розплення, відцентрове розплення, жароміцний сплав, аргон, гелій, утворення пор.

Отримання жароміцних сплавів з мінімальним вмістом інертних газів (Ar, He та Ne) особливо важливе для авіаційної промисловості, зокрема для виробництва реактивних двигунів літаків (для отримання дисків і

Плавлення і кристалізація

лопаток газових турбін) [1-3]. Наявність пор з інертним газом в частинках порошку знижує службові характеристики виробів. Найбільший вплив на якість жароміцних сплавів чинять порошки, які отримують газовим або відцентровим розпиленням [4-7], оскільки пори можуть бути зародками тріщин при експлуатації виробів.

При газовому розпиленні в порошкових частинках утворюються пори, заповнені газом-носієм. Наявність пор в порошкових частинках зумовлює і появу пористості у компактному матеріалі. Так, данні роботи [8] свідчать, що вже при вмісті $4 \cdot 10^{-5}$ % мас. аргону в порошковій сталі утворюються дрібні пори. В жароміцних сплавах на основі нікелю загальний вміст аргону досягає $1,5-2,7 \cdot 10^{-4}$ % мас. [9].

Дослідження процесу отримання розпилених гранул жароміцного сплаву на основі нікелю типу ЭП975МП проводилися в умовах ДП «УкрНДІспецсталь» на установках газового (УрЖМВ-3) та відцентрового розпилення (УВРЦ) [10] при наступних параметрах розпилення: енергоносії – аргон або суміш аргон-гелій (газове розпилення), середовище аргон або суміш аргон-гелій (відцентрове розпилення); витрата енергоносія на розпилення $15 \text{ м}^3/\text{хв.}$; тиск енергоносія в форсунці до 2,0 МПа; температура енергоносія до 500°C ; залишковий тиск в установці при вакуумуванні 5 Па; надлишковий тиск енергоносія в установці 0,02 МПа; кількість газу, необхідна для заповнення вакуумованих об'ємів, 21 нм^3 .

Жароміцний сплав виплавляли у вакуумно-індукційній печі. Розплав витримували до залишкового тиску газу 5 Па протягом 30 хв., а потім камеру заповнювали аргонном і витримували розплав ще протягом 8; 35 та 40 хв. Після цього струмінь розплаву діаметром 7,5 мм через металоприймач подавали в камеру розпилення, заповнену аргонном – в зону дії газової форсунки (при газовому розпиленні) або до розпилювача, що обертається (при відцентровому розпиленні). З отриманого порошку було виділено три фракції розміром: $-160 + 100 \text{ мкм}$, $-315 + 200 \text{ мкм}$ та $-800 + 630 \text{ мкм}$ (табл. 1).

Таблиця 1

Вплив тривалої витримки розплаву в аргоні на пористість розпиленого газом порошку

Час, хв.	Тиск дуття, МПа	Витрата розплаву, кг/с	Частка пористих частинок в площині шліфа за фракціями (мкм), %		
			-60+100	-315+200	-800+630
8	0,71	0,50	24	44	60
35	0,73	0,52	28	60	85
40	0,72	0,53	29	51	80

Газова пористість порошку різних фракцій вивчалася на металографічному мікроскопі Neophot 2. Визначення масової частки аргону в жароміцних сплавах проводили мас-спектральним методом, при якому реперні точки для кількісного аналізу були отримані на еталонних зразках з певним вмістом аргону фірми «ASEA-Stora» (Швеція).

Плавлення і кристалізація

При дослідженні впливу тривалої витримки розплаву в аргоні (Ar) на пористість розпиленого газом порошку (табл. 1) було встановлено, що зі збільшенням часу витримки розплаву в аргоні перед розпиленням з 8 до 40 хв. частка пористих частинок в порошок зростає до 1,4 разів відповідно збільшенню їх розміру. У зв'язку з цим можна припустити, що одним з механізмів утворення пор в частинках є поглинання аргону розплавом при витримці з подальшим утворенням пор в краплях розплаву.

При газовому розпиленні утворюються сферичні пори з чіткими краями. Фракції порошоків великого розміру у більшій мірі вражені порами (рис. 1) і містять більшу кількість аргону (рис. 2).

Рис. 1. Пори в порошок сплаву ЭП975МП, отриманого газовим розпиленням: а – фракція -315+200 мкм; б – фракція -160+100 мкм.

Рис. 2. Вміст аргону в сплаві ЭП975МП після вакуумування, витримки розплаву в аргоні та газового розпилення. 1– вакуумування; 2 – витримка в аргоні 20 хв.; 3 – після газового розпилення в порошок фракції -200+160 мкм; 4 – після газового розпилення в порошок фракції -400+315 мкм.

Міра захоплення рідини за рухомим у ній твердим тілом визначалася числом Вебера [11]:

$$We = \frac{\rho L V^2}{\sigma}$$

де ρ – щільність газу, кг/м³;
 σ – поверхневий натяг, Дж/м²;
 L – довжина струменя, м;
 V – відносна швидкість газу, м/с.

Розрахункові дані числа Вебера для струменю металу жароміцного сплаву ЭП975МП, отриманого газовим розпиленням (табл. 2), показують, що добавка в середовищі аргону 50 % гелію призводить до двократного зниження пористості сплаву та зменшення числа Вебера в 1,8 разів. При використанні в якості газового середовища гелію (He) кількість частинок з порожнечами збільшується, що пов'язано з кращою розчинністю гелію в рідкому металі.

Таблиця 2

Значення числа Вебера для струменя розплаву

Газ	Діаметр струменя, $d_c \cdot 10^3$, м	Тиск дуття, P_r , атм.	Температура газу, T , К	Щільність газу, ρ_r , кг/м ³ (при $P=1,8$ МПа)	Відносна швидкість газу, W_r , м/с	Поверхневий натяг, σ , Дж/м ²	Число Вебера, We
Ar	6,5	18	293	29,900	700	1,6	$6,0 \cdot 10^4$
He	6,5	18	293	2,966	1200	1,6	$1,8 \cdot 10^4$
Ar+ 50 % He	6,5	18	293	16,448	700	1,6	$3,3 \cdot 10^4$

Рис. 3. Масова частка аргону (1) та пористість частинок (2) порошку залежно від розміру частинок при газовому розпиленні.

Визначення вмісту аргону в сплаві ЭП975МП на різних стадіях технологічного процесу (рис. 2) показали збільшення масової частки аргону після газового розпилення за рахунок статистичної та динамічної взаємодії інертного газу з металом. Після плавлення і вакуумування розплаву при залишковому тиску 5 Па в пробах металу масова частка аргону досягає значення $1 \cdot 10^{-5}$ %, а після газового розпилення $2,3 \cdot 10^{-4}$ % (рис. 3).

Відцентрове розпилення металевих розплавів дозволяє при відносно невеликих

Плавлення і кристалізація

енергозатратах отримати компактні порошки з малим розкидом частинок за розмірами. Частинкам порошку властива наявність газових пор (рис. 4), які утворюються за рахунок насичення газом при витримці розплаву в індукційній печі та його переливанні у металоприймач. Пори при відцентрованому розпиленні дрібні, неправильної форми з рваними краївками (рис. 4) кількість частинок з газовими порами практично не залежить від їх розмірів.

Рис. 4. Пори в частинках порошків, отриманих відцентровим розпиленням: а – фракція -315+200 мкм; б – фракція -160+100 мкм.

Відзначимо також, що аргон захоплюється металом тільки в процесі руху по диску, а не за рахунок слабкої газодинамічної взаємодії газу безпосередньо на краплі розплаву. Таким чином, після впуску аргону в камеру печі його кількість в металі збільшується, а при подальшому відцентрованому розпиленні не змінюється (рис. 5, 6) порівняно з газовим розпиленням (рис. 2).

Збільшений вміст Ar або суміші Ar-He в порошку жароміцного сплаву на основі нікелю в процесі розпилення зумовлений:

Рис. 5. Вміст аргону в сплаві ЭП975МП після вакуумування (1), витримки розплаву в аргоні протягом 20 хв. (2) та після відцентрового розпилення (3).

Рис. 6. Залежність масової частки аргону (1) та пористості (2) від розміру частинок в порошку при відцентровому розпиленні.

– при газовому розпиленні інертним газом взаємодією рідкого металу з газодинамічним потоком Ag або суміші Ag-He та впливом газового потоку на деформацію і утворенням бульбашок в краплях;

– при відцентровому розпиленні тільки за рахунок або поглинання інертного газу в пічній камері, або газодинамічного руху плівки на поверхні обертального диску відносно спокійного газу у камері, але не за рахунок достатньо слабого газодинамічного впливу на краплі.

Результати дослідження свідчать про відсутність «розчинення» Ag або суміші Ag-He в рідкому або твердому стані при рівні аргону до $1 \cdot 10^{-4} \%$ мас.

Дослідженнями показана технологічна можливість значного зменшення вмісту аргону в жароміцному сплаві на основі нікелю.

Література

1. Масленков С.Б. Жаропрочные стали и сплавы: справочник. – М.: Металлургия, 1983. – 192 с.
2. Петрушин, Н.В., Светлов И.Л. Физико-химические и структурные характеристики жаропрочных никелевых сплавов // Металлы, 2001. – № 2. – С. 63-73.
3. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. – М.: Машиностроение, 1998. – 464 с. – ISBN 5-217-02883-1.
4. Анюшкин Н.Ф. Металлургия гранул жаропрочных никелевых сплавов на современном этапе развития // Металлургия гранул: сб. статей; под ред. Н.И. Корягина. – М.: ВИЛС, 1988. – Вып. 4. – С. 46-49.
5. Белов А.Н., Анюшкин Н.Ф., Ходкин В.И. и др. В кн.: Процессы обработки лёгких и жаропрочных сплавов изделий из них. – М., Исследование физико-химических процессов при изготовлении гранул жаропрочных никелевых сплавов 1991. – С. 52-62.

6. Плечев В.Н., Никольская Е.Е., Ципунов А.Г. и др. В кн.: Металлические порошки, их свойства и применение. – М., 1983. Свойства распыленного порошка жаропрочного сплава типа ЭП220. – С. 29-34.
7. Тишаев С.И., Ципунов А.Г., Терновой Ю.Ф. В кн.: Лёгкие и жаропрочные сплавы и их обработка. – М.: Наука, Центробежное распыление струи расплава, 1986. – С. 272-278.
8. Hellmann Per. Eigenschaften pulvermetallurgisch hergestellter Schnellabstahl // Werkstatt und Bert, 1975. – № 5. – P. 277-279.
9. Терновой Ю.Ф., Ципунов А.Г., Куратченко С.Г. и др. Образование пор в распыленном порошке // Порошковая металлургия, 1985. – №1. – С. 10-14.
10. Терновой Ю.Ф., Кудиевский С.С., Пашетнева Н.Н. Инженерные расчеты технологических процессов распыления расплавленных металлов: монография. – Запорожье: Издательство Запорожской государственной инженерной академии, 2005. – 150 с. – ISBN 966-7101-67-3.
11. Дейч М.Е. Техническая газодинамика; изд. 2-е, переработ. – М.-Л.: Госэнергоиздат, 1961 – 671 с.

References

1. Maslennikov S.B. *Zharoprochnyye stali i splavy: spravochnik*, (Heat resisting steels and alloys: a reference book), Moscow, Metallurgiya, 1983, 192 p. [in Russian].
2. Petrushin, N.V., Svetlov I.L., *Metally*, 2001, No 2, pp. 63-73 [in Russian].
3. Kablov Ye.N., Golubovskiy Ye.R. *Zharoprochnost nikelovykh splavov*, (Heat resistance of nickel alloys), Moscow, Mashinostroyeniye, 1998, 464 p. [in Russian].
4. Anyushkin N.F. *Metallurgiya granul: sb. statey; pod red. N.I. Koryagina*, Moscow, VILS, 1988, Vol. 4, pp. 46-49 [in Russian].
5. Belov A.N., Anyushkin N.F., Khodkin V.I. i dr. In: "*Protsessy obrabotki logkikh i zharoprochnykh splavov izdeliy iz nikh*" (Processes of processing light and heat-resistant alloys of products from them), Moscow, Issledovaniye fiziko-khimicheskikh protsessov pri izgotovlenii granul zharoprochnykh nikelovykh splavov i 1991, pp. 52-62 [in Russian].
6. Plechev V.N., Nikol'skaya Ye.Ye., Tsipunov A.G. i dr. In: "*Metallicheskiye poroshki, ikh svoystva i primeneniye*" (Metal powders, their properties and application), Moscow, 1983. Svoystva raspylennogo poroshka zharoprochnogo splava tipa EP220, pp. 29-34 [in Russian].
7. Tishayev S.I., Tsipunov A.G., Ternovoy Yu.F. V In: "*Logkiye i zharoprochnyye splavy i ikh obrabotka*" (Light and heat-resistant alloys and their processing), Moscow, Nauka, Tsentrobezhnoye raspyleniye strui rasplava, 1986, pp. 272-278 [in Russian].
8. Hellmann Per., *Werkstatt und Bert*, 1975, No. 5, pp. 277-279 [in English].
9. Ternovoy Yu.F., Tsipunov A.G., Kuratchenko S.G. i dr., *Poroshkovaya metallurgiya*, 1985, No. 1, pp. 10-14. [in Russian].
10. Ternovoy Yu.F., Kudiyeviskiy S.S., Pashetneva N.N. *Inzhenernyye raschety tekhnologicheskikh protsessov raspyleniya rasplavlennykh metallov* (Engineering calculations of technological processes for spraying molten metals), Zaporozh'ye: Izdatelstvo Zaporozhskoy gosudarstvennoy inzhenernoy akademii, 2005, 150 p. [in Russian].

11. Deych M.E. *Tekhnicheskaya gasodinamika*, (Technical gas dynamics); 2-nd Ed, Moscow-Leningrad, Gosenergoizdat, 1961, 671 p. [in Russian].

Одержано 25.03.20

Yu. F. Ternovyi, S. A. Vodennikov, O. S. Vodennikova

Inert gas absorption and pore formation in nickel-based hot-melt alloys

Summary

An integrated approach to the generalization and analysis of scientific and technical literature in the direction of improving the technological processes of spraying metal melts used a comprehensive approach. The processing and analysis of experimental data for the determination of argon at different stages of heat-resistant alloy production were performed. Micro structural analysis of nickel-based heat-resistant alloys obtained by gas and centrifugal spraying was performed. A significant increase in the mass fraction of argon in the melt is shown when held in a furnace before gas or centrifugal spraying, the absence of capture of inert gas by sprayed liquid particles during centrifugal spraying is shown, unlike the process of gas spraying, it is shown. The results of the study indicate the absence of "dissolution" of Ar or a mixture of Ar-He in the liquid or solid state at argon levels up to $1 \cdot 10^{-4} \%$ of the mass. It is established that centrifugal spraying of metal melts allows obtaining compact powders with small particle size distribution at relatively low energy consumption. It is also noted that argon is captured by the metal only in the process of moving on the disk, and not due to the weak dynamic gas interaction directly on the melt droplets. Hence, its amount in the metal increases after the argon's injection into the furnace chamber and at the subsequent centrifugal spraying does not change, in comparison with gas spraying. A technological possibility has been found to significantly reduce the amount of gas pores and the mass fraction of inert gas in nickel-based heat-resistant alloys. Nickel-based heat-resistant alloys obtained by the method of gas and centrifugal spraying make it possible to improve the quality of products for the aviation industry, their reliability when operating in extreme conditions.

Keywords: gas spraying, centrifugal spraying, heat-resistant alloy, argon, helium, pore formation.