

ТЕХНОЛОГИЯ СИНТЕЗА ЛИТЕЙНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, ОСНОВАННАЯ НА КОНЦЕПЦИЯХ АКТИВНОГО И ПАССИВНОГО ЭКСПЕРИМЕНТОВ

А.А. Ганеев, П.Н. Никифоров (г. Уфа, Россия)

Анализ путей развития авиационного газотурбостроения в России и за рубежом показывает, что основным направлением совершенствования двигателей по тяге, удельному весу и удельному расходу топлива является форсирование рабочего цикла по температуре, при этом ведущие конструкторские коллективы приступили к освоению температур газа перед турбиной $T_T = 1800 \dots 1900$ К. Надёжная работа двигателя в этих условиях возможна только при применении материалов с повышенным уровнем служебных характеристик, сохраняющихся в условиях длительного воздействия высоких температур и напряжений.

В связи с этим повышение жаропрочности литейных никелевых сплавов для деталей ГТД является одной из важнейших проблем в авиа- и ракетостроении.

Исследованиями российских и зарубежных ученых разрешен ряд важнейших теоретических и практических задач по различным проблемам жаропрочности металлов и сплавов. Установлено, что жаропрочность сплавов зависит от прочности межатомных связей, структуры и состояния границ зерен. Основным принципом создания литого сплава, обладающего высокой жаропрочностью, является принцип гетерогенности. Решающая роль в достижении высокой жаропрочности принадлежит характеру взаимодействия сосуществующих фаз. На основе теории упрочнения гетерофазных сплавов сформулированы направления повышения основной характеристики никелевых жаропрочных сплавов (ЖС) – длительной прочности:

- упрочнение твердых растворов на основе γ - и γ' -фаз;
- повышение термической стабильности гетерофазной системы $\gamma + \gamma'$;
- упрочнение межкристаллитных границ зерен никелевых сплавов;
- сведение к минимуму вероятности образования σ - и μ - фаз в процессе термической обработки и длительной эксплуатации изделий из никелевых ЖС.

Однако выявленные принципы легирования ЖС пока не дают конкретных количест-

венных рекомендаций для выбора составов новых сплавов. В течение длительного времени эмпирический метод проб и ошибок (*trials and errors*) остаётся основным при разработке ЖС, однако он требует огромных средств на исходные материалы, дорогостоящее оборудование и проведение большого количества плавов. Эти затраты чаще всего не окупаются результатами поиска. Поэтому разработка, развитие и совершенствование расчетно-экспериментальных методов прогнозирования жаропрочных свойств сплава, опирающихся на возможность использования методов классического металловедения, физики металлов, математического моделирования, относятся к наиболее приоритетным и актуальным научно-техническим проблемам.

В связи с этим возникает необходимость в систематизации, обобщении и анализе многочисленных результатов исследований по проблеме синтеза ЖС и выработке новых подходов к прогнозированию свойств сплава.

В целях реализации системного подхода к оптимизации состава сплавов разработана общая концепция синтеза литейных никелевых ЖС, которая включает два основных направления, отличающихся характеристиками исходной статистической информации: активный эксперимент и пассивный эксперимент.

При использовании активного эксперимента для построения математической модели (ММ) влияния концентраций легирующих элементов (ЛЭ) и иных факторов на свойства ЖС производится анализ плана эксперимента (ПЭ) $X = \{x_k\}$, точки которого $x_k = \{x_{k1}, x_{k2}, \dots, x_{km}\}$ оптимальным образом расположены в факторном пространстве (как правило, симметрично в вершинах либо на рёбрах гиперкуба, построенного в пространстве факторов). На практике не удаётся выдержать значения концентраций ЛЭ в экспериментальных точках равными идеальным расчётным значениям. Причинами отклонений являются различия в режимах плавки ЖС, в качестве и составе исходных шихтовых материалов, в составе материала литейной формы и т.д.

Упорядоченное оптимальное расположение экспериментальных точек способствует, при минимальном числе опытов, получе-

ТЕХНОЛОГИЯ СИНТЕЗА ЛИТЕЙНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, ОСНОВАННАЯ НА КОНЦЕПЦИЯХ АКТИВНОГО И ПАССИВНОГО ЭКСПЕРИМЕНТОВ

нию ММ с несмещёнными и несмешанными оценками коэффициентов, с наибольшей точностью аппроксимирующей зависимость жаропрочности сплава от выбранных факторов. Поэтому использование концепции активного эксперимента позволяет значительно сократить количество проводимых экспериментов (по некоторым оценкам, с 500...1000 до 50...80 плавок и испытаний образцов) для выявления оптимального состава ЖС. Преимущество методов синтеза сплавов, основанных на концепции активного эксперимента, становится ещё более явным при необходимости ввода в рассмотрение новых химических элементов в качестве легирующих, а также для подтверждения или опровержения выдвигаемых гипотез о взаимосвязи состава и свойств сплавов.

Основным недостатком активного эксперимента является то, что его использование при создании новых ЖС требует проведения длительных и дорогостоящих экспериментов, использования дефицитных ЛЭ, специальных установок для направленной кристаллизации и т.п. Поэтому в случаях, когда при разработке новых сплавов требуется максимальное сокращение экспериментальной части работы, используется пассивный эксперимент.

Пассивный эксперимент базируется на анализе накопленной статистической информации о составе и свойствах разработанных и применяемых никелевых ЖС, сохраненной в систематизированном и унифицированном виде в базе данных (БД). Статистический материал для проведения анализа может формироваться не только на основе опытов, проводимых самим исследователем, но и на основе литературных данных и т.п. Поэтому использование пассивного эксперимента позволяет почти полностью отказаться от проведения экспериментов, ограничивая экспериментальную часть работы проведением нескольких контрольных опытов.

Основным недостатком пассивного эксперимента является то, что ММ строится на основе анализа всей совокупности имеющейся в распоряжении исследователя информации о жаропрочности никелевых ЖС. При этом оказывается возможным построить единственный ПЭ, экспериментальные точки которого оказываются расположенными в факторном пространстве хаотично. Поэтому при расчетах коэффициенты ММ получаются смещёнными и смешанными, что не позволяет полностью использовать содержащуюся в ПЭ информацию.

Тем не менее, представляется возможным сохранить все преимущества, предоставляемые как активным, так и пассивным экспериментом. При наличии достаточно большого объёма статистической информации можно выбрать из исходной выборки данных некоторое количество экспериментальных точек, которые бы располагались в факторном пространстве в соответствии с некоторым гипотетическим планом активного эксперимента (либо близко к нему). Тогда обработка этих отобранных точек может производиться аналогично обработке результатов опытов, проводимых в соответствии с подобранным гипотетическим ПЭ.

Для этого была модифицирована процедура построения ММ влияния концентраций ЛЭ на жаропрочность сплава, основанная на концепции пассивного эксперимента, с целью использования для расчёта ММ ПЭ, наиболее близкого к оптимальному. С этой целью был произведён выбор легирующего ряда и комплекса. В комплекс должны войти элементы, которые при совместном действии усиливают полезный эффект или подавляют отдельные нежелательные явления в сплаве. Проведен выбор легирующих элементов и их классификация для литейных никелевых ЖС:

- 1) растворные упрочнители – Co, Ir, Rh, Pt, Pd, Cr, W, Mo, Ru, Os, Re, Tc;
- 2) растворно-дисперсионные упрочнители – Al, Ta, Nb, Ti;
- 3) упрочнители границ зерен – Zr, Ce, Y, B, C, Hf, La, Nd, Pr;
- 4) нейтральные элементы – He, Ar, Ne, Kr, Xe, Rn;
- 5) вредные примеси – S, Pb, Bi, Sb, P, Tl, As, Te, Rb, Cs, Fr, Se, Sr, Cd, In, Li, Na, Si, Mn, Fe.

Для определения оптимального состава сплавов из ряда выбранных элементов были использованы: Cr, Co, Mo, W, Re, Ta, Al, Ti, Nb, Hf, B, C.

Для построения ММ и проектирования состава сплава с более высокими свойствами необходимо оценить вероятность такого результата и содержательность информации из БД. С надёжностью 0,99 было выявлено существование резервов повышения рабочей температуры никелевых ЖС на 35...70°C для 100-часовой длительной прочности в диапазоне напряжений 150...330 МПа.

Были обобщены составы $n = 27$ ЖС, которые использовались для построения ММ влияния состава сплава на его жаропрочность. Для исследования влияния различных

ЛЭ на жаропрочность строили набор ПЭ типа 2^{14-10} , каждый из которых включает не менее $N_{\min} = 16$ экспериментальных точек, т.е. для построения одного ПЭ может быть задействованы $N \in [16; 27]$ точек. Очевидно, что чем большее число экспериментальных точек присутствует в ПЭ и участвует в расчёте ММ, тем более полно используется исходный набор статистической информации.

Общее количество ПЭ, включающих $N \in [N_{\min}; n]$ экспериментальных точек, которые должны быть составлены и проанализированы при полном переборе комбинаций ПЭ и точек, равно

$$\sum_{N=N_{\min}}^n C_n^N = \sum_{N=N_{\min}}^n \frac{n!}{N!(n-N)!} = 2,97 \cdot 10^7. \quad (1)$$

С вычислительной точки зрения это не представляет значительных трудностей, и поэтому в дальнейшем при поиске наилучшего подобия ПЭ исследовались всё множество комбинаций ПЭ и экспериментальных точек.

Общее число уникальных комбинаций верхних и нижних уровней 12 факторов, в нашем случае достигает $4,3 \cdot 10^{33}$. Очевидно, что полный перебор такого большого количества вариантов ПЭ невозможен, поэтому в нашей работе при расчёте ПЭ генерировали случайные комбинации наборов экспериментальных точек, которые использовались для построения ПЭ.

Для учёта возможной нелинейности зависимости жаропрочности сплава от состава ЖС провели корреляционный анализ, направленный на выявление комбинаций ЛЭ, наиболее коррелированных с необъясняемой ММ вариацией исходных данных. По результатам проведённого анализа в рассчитываемую ММ влияния состава никелевого ЖС на его жаропрочность, помимо факторов, характеризующих содержание в сплаве основных ЛЭ, ввели дополнительные факторы $(x_{\text{Re}})^2(x_{\text{Ti}})^2$ и $(x_{\text{Cr}})^2x_{\text{Re}}x_{\text{Ti}}$, характеризующие взаимодействие между ЛЭ.

Далее строили ПЭ и выбирали среди них наилучший ПЭ. Для этого выполнялись следующие действия:

1) из исходной выборки данных формировалась подвыборка, содержащая $N = 16 \dots 27$ экспериментальных точек;

2) для каждого ЛЭ с точностью Δc_i (равной точности, с которой может быть выдержано либо определено содержание ЛЭ в ЖС) случайным образом генерировалось положение

основного уровня c_{i0} в соответствии с условием:

$$c_{i0} \in [(c_i)_{\min} + \Delta c_i; (c_i)_{\max} - \Delta c_i], \quad (2)$$

где $(c_i)_{\min}$, $(c_i)_{\max}$ – нижняя и верхняя граница области определения i -го ЛЭ; Δc_i – минимальная погрешность, с которой может быть выдержано либо определено содержание i -го ЛЭ в сплаве;

3) для каждого ЛЭ случайным образом генерировалась величина интервала варьирования $I(c_i)$ в соответствии с условием:

$$I(c_i) \in [\Delta c_i; \inf\{c_{i0} - (c_i)_{\min}; (c_i)_{\max} - c_{i0}\}]; \quad (3)$$

4) для выбранных ЖС, основных уровней и интервалов варьирования факторов рассчитывался ПЭ.

Были рассчитаны $L = 10^9$ вариантов ПЭ, соответствующих различным комбинациям подвыборок и уровней факторов. Затем, исходя из важности концепции D -оптимальности ПЭ, вся совокупность рассчитанных ПЭ сравнивалась по значению D -критерия оптимальности для установления, какая комбинация наиболее близка к оптимальной. В результате были получены значения уровней ЛЭ, обеспечивающих D -оптимальность ПЭ (см. таблицу).

На основе анализа оптимального ПЭ получена ММ влияния факторов, соответствующих концентрациям ЛЭ в сплаве, на его 100-часовую жаропрочность при 1000 °С. После проверки значимости коэффициентов ММ и исключения незначимых факторов ММ приняла вид:

$$z(X) = 127,1 - 20,25x_{\text{Cr}} - 8,833x_{\text{Mo}} - 5,445x_{\text{W}} + 21,81x_{\text{Re}} - 6,852x_{\text{Al}} - 17,39x_{\text{Ti}} + 26,38x_{\text{Nb}} - 13,61x_{\text{Hf}} - 19,82x_{\text{C}} + 0,6803x_{\text{Re}}^2x_{\text{Ti}}^2 + 0,07062x_{\text{Cr}}^2x_{\text{Re}}x_{\text{Ti}}, \quad (4)$$

где x_i – кодированные значения концентраций ЛЭ; $x_i = 2(c_i - c_{i0}) / [(c_i)_{\max} - (c_i)_{\min}]$.

Для определения состава ЖС, соответствующего максимальному отклику ММ (4), воспользовались процедурой градиентного подъёма. Для предотвращения опасности перелегирования и падения фазовой стабильности ЖС контролировали соответствующую ЖС данного состава величину отклонения электронной концентрации от равновесного значения (таблица 1).

ТЕХНОЛОГИЯ СИНТЕЗА ЛИТЕЙНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ,
ОСНОВАННАЯ НА КОНЦЕПЦИЯХ АКТИВНОГО И ПАССИВНОГО ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Таблица 1 – Концентрации ЛЭ, соответствующие уровням факторов *D*-оптимального ПЭ

Уровни факторов	Концентрация ЛЭ, ат. %											
	Cr	Co	Mo	W	Re	Ta	Al	Ti	Nb	Hf	B	C
– нижний (c_{i-1})	15,5	2,3	0,0	1,70	0,33	2,58	7,28	2,1	0,0	0,04	0,00	0,2
– основной (c_{i0})	16,15	7,0	0,2	1,77	0,72	3,06	7,48	2,8	0,2	0,07	0,03	0,33
– верхний (c_{i+1})	16,8	11,7	0,4	1,84	1,11	3,54	7,68	3,5	0,4	0,10	0,06	0,46

$$\Delta E = \sum_{i=1}^n c_i E_i - 0,036 \sum_{i=1}^n c_i M_i - 6,28, \quad (5)$$

где E_i – концентрация валентных электронов i -го ЛЭ; M_i – относительная атомная масса i -го ЛЭ.

Установлено, что ЖС, для которых величина (9) меньше нуля, проявляют склонность к выделению ТПУ-фаз типа σ , μ и метастабильных карбидов типа M_6C , а сплавы с $\Delta E > 0$ склонны к выделению η -фаз типа Ni_3Ti и Ni_3Nb .

В качестве начальной точки крутого восхождения приняли точку, соответствующую центру области определения ММ. В качестве критерия останова приняли условие нулевого отклонения электронной концентрации от равновесного значения. Всего было сделано 7 600 шагов по поверхности отклика в направлении градиента функции отклика. Точке № 100 соответствовало равновесное значение электронной концентрации и значение функции отклика 407,1 МПа. В последующих точках отклонение электронной концентрации от равновесного значения. Таким образом определён состав литейного никелевого ЖС, обладающего максимальной жаропрочностью в условиях, соответствующим условиям работы рабочих лопаток турбин современных ГТД.

Выводы

1. Разработана методика проектирования литейных никелевых ЖС для отливок с направленной и монокристаллической структурой, основанная на использовании априорной информации о составах и свойствах известных сплавов, которая позволяет в 4...5 раз сократить сроки создания новых многокомпонентных ЖС, в 40...50 раз снизить трудозатраты, в 10...20 раз сэкономить расход дорогостоящих материалов.

2. На сочетании концепций активного и пассивного эксперимента построены ММ, описывающие влияние концентраций основных ЛЭ на жаропрочность никелевых сплавов с монокристаллической структурой, в рамках которых с определенным успехом преодолеваются основные трудности обработки данных пассивного эксперимента: их частая неопределённость, зашумленность, малая информативность и значительная размерность массива исходных данных.

3. Показана возможность использования статистической информации для проведения анализа влияния ЛЭ на жаропрочность никелевых сплавов и оптимизации их состава математико-статистическими методами, сочетающими преимущества концепций пассивного и активного эксперимента.