УДК 621.762.4.04

DOI: 10.35211/1990-5297-2021-11-258-12-18

О. Л. Первухина, канд. техн. наук, Л. Б. Первухин, д-р техн. наук, А. С. Шишкина*, инженер***УДАРНО-ВОЛНОВОЕ КОМПАКТИРОВАНИЕ ПОРОШКА ЭП741НП, МОДИФИЦИРОВАННОГО ТЕРМОБАРЬЕРНЫМ ПОКРЫТИЕМ***ИСМАН им. А. Г. Мерджанова РАН, г. Черноголовка, opervukhina@mail.ru*** ООО «Битруб Интернэшнл», г. Красноармейск, bitrub@mail.ru*

Использование порошков с поверхностью, модифицированной наноплёнкой из оксидов металлов, позволяет пластифицировать гранулы сплава ЭП741НП, а применение компактирования взрывом получить высокопрочные компакты с термобарьерным покрытием для изготовления ответственных изделий в авиационном и космическом машиностроении.

Ключевые слова: компактирование взрывом, жаропрочные сплавы, термобарьерные покрытия, прочность соединения

O. L. Pervukhina, L. B. Pervukhin, A. S. Shishkina****SHOCK-WAVE COMPACTING OF POWDER EP741NP MODIFIED THERMAL BARRIER COATING***Merzhanov Institute of Structural Macrokinecs and Materials Science RAS,**Chernogolovka, opervukhina@mail.ru*** Bitrub International, Krasnoarmeysk, bitrub@mail.ru*

The use of modified powders with a nanofilm of metal oxides surface allow plasticizing the EP741NP alloy granules, and the use of shock-wave compacting to obtain the high-strength compacts with a thermal barrier coating for the manufacture in charge products in aviation and space engineering.

Keywords: explosion compaction, heat-resistant alloys, thermal barrier coatings, tensile strength

Проблемы повышения механических свойств, увеличения ресурса ответственных деталей, разработки и внедрения новых эффективных технологий, отличающихся высокими коэффициентами использования дорогостоящих материалов, относятся к приоритетным направлениям в современном машиностроении. Наиболее остро эти проблемы стоят при производстве изделий ответственного назначения для авиационной промышленности из жаропрочных никелевых сплавов и высоконагруженных элементов энергетических установок в тепловой энергетике. Большую часть этих проблем решают с помощью порошковой металлургии. Однако в связи с постоянным повышением требований к новым материалам требуется поиск оптимальных технологических решений при использовании порошковых материалов для производства изделий из жаропрочных сплавов. В частности, ответственные изделия изготавливают из расплавленных порошков жаропрочных никелевых

сплавов. Благодаря высоким скоростям кристаллизации (от 10^3 до 10^5 К/с) получаемые порошки отличаются очень однородной и мелкозернистой структурой, которую необходимо сохранить при формообразовании и спекании изделия. Гранулы из жаропрочных сплавов получают путем распыления жидкого металла газовой струей или разбросом капелек жидкого металла при вращении электрода. Наиболее распространен сплав ЭП741НП, из которого изготавливаются диски газотурбинных двигателей. Принципиальными требованиями при консолидации таких порошков является ограничение роста зерен и сохранение ультрамелкозернистой структуры материала. Решение этой задачи может быть обеспечено ударно-волновым компактированием, характеризующимся кратковременностью приложения давления. Кроме того, прессование порошковых материалов с использованием энергии взрыва позволяет получать компакты и производить их спекание при тем-

пературах значительно ниже температур плавления. Однако практическое применение методов взрывного прессования ограничено из-за появления дефектов. Одним из путей повышения прочности компактов может быть модификация поверхности частиц порошка плёнками из нанодисперсных оксидов [1]. Поведение нанокристаллических материалов с размерами зерен 10 нм и менее определяется главным образом процессами в пограничных областях, поскольку количество атомов в зернах сравнимо или меньше, чем в их границах. Это обстоятельство существенно изменяет характер взаимодействия между соседними зернами, например, тормозит генерацию дислокаций, препятствует распространению трещин [2]. Нанесение наноплёнки на поверхность гра-

нул порошков позволяет модифицировать поверхность гранулы, повысить её микротвердость и пластичность.

Материалы и методика проведения исследований

В экспериментах использовались три вида порошка: исходный ЭП741НП (состав №1), а также ЭП741НП с термобарьерными покрытиями из нанодисперсных порошков Y_2O_3 (толщиной 7 нм) – состав №2 и $CoO-Y_2O_3$ (толщиной 7 нм) – состав №3.

Методика проведения экспериментов предусматривала ударно-волновое компактирование образцов из исходных и модифицированных порошков ЭП741НП в цилиндрических ампулах сохранения по режимам, представленным в таблице, с последующим спеканием компактов в вакуумной печи при

Режимы ударно-волнового компактирования

Режим	Высота заряда, мм	Скорость детонации ВВ, м/с	Давление в порошке, ГПа	Материал заряда
1	30	4500	12	Аммонит 6 ЖВ
2	50	3500	6	Смесь аммонита 6 ЖВ с аммиачной селитрой 1:1

Рис. 1. Схема компактирования:

1 – стержень; 2 – труба; 3 – порошок ЭП741НП (состав № 1); 4 – порошок ЭП741НП, модифицированный пленкой оксида иттрия (состав №2); 5 – порошок ЭП741НП, модифицированный пленкой оксидов иттрия и кобальта (состав № 3); 6 – крышка; 7 – нижняя крышка; 8 – откольный элемент; 9 – ВВ; 10 – детонатор

Рис. 2. Морфология частиц порошка ЭП741НП в исходном состоянии (а), после модификации Y_2O_3 (б) (порошок состава 2)

температуре 875 °С. Расчет режимов проводили по методике, изложенной в [3].

При разработке схемы компактирования исходили из следующих условий:

- получение цилиндрического изделия, равноплотного по длине и сечению;
- обеспечение целостности ампул после компактирования.

С учетом изложенного разработана схема компактирования опытных образцов из порошков: исходного и с поверхностью, модифицированной нанопленками оксидов. Эксперимент предусматривал компактирование

в равных условиях в одной ампуле одновременно трех составов, схема приведена на рис. 1.

Ампула сохранения состояла контейнера, сваренного ручной дуговой сваркой из трубы (2), диаметром 24 мм с толщиной стенки 2 мм, с нижней крышкой (7) и стержнем (1). В зазор между стержнем и стенкой контейнера был засыпан порошок (5), уплотненный на виброплощадке. Контейнер закрывался крышкой (6) и устанавливался на откольный элемент (8), затем монтировался цилиндрический заряд ВВ заданной толщи-

Рис. 3. Образцы после взрывного компактирования:

1 – состав №1, режим 1; 2 – состав № 2, режим 1; 3 – состав № 3, режим 1;
4 – состав №1, режим 2; 5 – состав № 2, режим 2; 6 – состав № 3, режим 2

ны (9), устанавливался детонатор (10). После подрыва заряда производили осмотр ампул. Каждая ампула была разрезана на 3 части так, чтобы в отрезанных образцах был один состав. Образцы, вырезанные в соответствии с рис. 1, были переданы на спекание.

Исследование исходных порошков и конечных компактов после спекания проводили методами оптической и электронной растровой микроскопии, рентгеноструктурного анализа и измерением микротвердости.

Результаты и их обсуждение

Исследование порошков

Исследования поверхности частиц порошка ЭП741НП методами электронной микроскопии показали, что частицы имеют в основном сферическую форму размером от 30 до 100 мкм с гладкой поверхностью, светло-серого цвета с характерной литой дендритной структурой (рис. 2, а). Химический состав на поверхности частицы и внутри неё идентичен.

Морфология поверхности порошка никелевого сплава состава №2 после модификации Y_2O_3 толщиной 7 нм показана на рис. 2, б. Порошок представляет собой частицы сферической формы темно-серого цвета. При осаждении очень тонкого слоя оксида иттрия поверхность никелевого сплава изменилась. Первое изменение – образование

пятен на поверхности частиц порошка. Природа образования пятен заключается в градиентном по толщине формировании Y_2O_3 в местах контакта частиц. Второе изменение – проявление поверхностной тонкой структуры никелевого сплава. Проявление такой структуры является следствием декорирования поверхности сверхтонкой пленкой окиси иттрия. При большем увеличении этих участков видно чешуйчатое слоистое строение.

Морфология порошка никелевого сплава после модификации Y_2O_3 – CoO (7 нм) практически не изменилась по сравнению с исходной. Пятен и декорирования поверхности порошка не наблюдается. В результате малой концентрации модификатора, анализ не обнаружил иттрия, а содержание кобальта находится в пределах его содержания в сплаве. Среднее значение концентрации кислорода составляет 4,87 ат. %. Однако изменение цвета порошка с серого на оливковый косвенно подтверждает наличие на поверхности частиц пленки оксида кобальта.

Исследование компактов

После ударно-волнового компактирования образцы были вырезаны в соответствии с рис. 1 на 3 части так, чтобы в отрезанных образцах находился один состав. В процессе разрезки порошок не высыпался ни из одного образца, однако прочность компактов была невелика. Соответствующий цвет по-

Рис. 4. Внешний вид компактов после спекания

рошка не изменился (рис. 3: состав №1 исходный – светло-серый, состав №2 модифицированный Y_2O_3 – темно-серый, состав №3 модифицированный $CoO-Y_2O_3$ – оливковый).

Спекание производилось в вакуумной печи при температуре 875 °С. Образцы в печи устанавливались на подложку из графита. В процессе нагрева вследствие прохождения реакции между поверхностью компакта никеля и графитом началась реакция, что привело к оплавлению нижней части ампулы, при этом наиболее сильно оплавилась компакты из никеля без наноплёнок (рис. 4). Меньше всего оплавлений зафиксировано в

компакте с порошком, поверхность которого была модифицирована Y_2O_3 .

Таким образом, экспериментально были получены с использованием энергии взрыва компакты из порошка никелевого сплава и этого же порошка с поверхностью, модифицированной нанопленкой оксида иттрия и оксидов иттрия с кобальтом. При этом было установлено, что наличие нанопленок не сказывается на прочности компактов после взрывного компактирования. При спекании нанопленки на поверхности частиц изолируют порошок никеля от взаимодействия с графитом. Наблюдаемое взаимодействие

Рис. 5. Микротвердость по сечению образцов состава № 1, № 2 и № 3 после спекания: режим компактирования взрывом № 1 (а); режим компактирования взрывом № 2 (б)

Рис. 6. Микроструктура компакта состава №2 после компактирования по режиму 2 и спекания:

а – шлиф; б – фрактограмма излома

никеля с углеродом компакта указывает на неполную изоляцию от графита.

Измерения микротвердости поверхности шлифов производились на микротвердометре ПМТ-3 при нагрузке 200 г от стрелки к периферии образца с шагом 25 мкм. Результаты измерений микротвердости компактов состава № 1, № 2 и № 3 и двух режимов компактирования взрывом приведены на рис. 5.

Отметим, что твердость компакта выше твердости порошка исходного сплава ЭП741НП. Результаты измерений показали, что при компактировании взрывом по режиму № 2 (расчётное давление в порошке 6 МПа) наблюдаются значительные колебания микротвёрдости во всех составах. Наиболее высокие значения и неравномер-

ная микротвердость наблюдается на образце состава № 3, на поверхности частиц которого находится смесь $Y_2O_3 - CoO$. При компактировании по режиму № 1 значения микротвердости после спекания выше, чем по режиму № 2 для составов № 1 и № 2. Значения микротвёрдости для компакта из состава №3 также выше и наблюдается сильное колебание микротвердости по сечению. Такое изменение микротвердости указывает, что компактирование взрывом по режиму №1 с расчетным давлением 12 МПа обеспечивает более равномерную плотность образца по сечению и этот режим может быть рекомендован для дальнейших работ. Расчетное давление 6 МПа недостаточно для получения плотных компактов.

Рис. 7. Микроструктура компакта в перегретых областях образцов

При проведении металлографических исследований было установлено, что нанопленка из модифицирующего покрытия не разрушается при ударно-волновом обжиге. В процессе компактирования взрывом происходит плотная упаковка частиц с их деформацией и активацией поверхности без нарушения целостности наноплёнки Y_2O_3 , сохраняется исходная структура порошка. При последующем спекании в ампуле за счёт процессов диффузии и наличия активной поверхности прочность соединения возрастает, о чем свидетельствует значительное увеличение доли вязкого излома (рис. 6). Отметим, что ударно-волновое компактирование позволяет производить спекание при относительно невысоких температурах (значительно ниже температуры плавления).

В образцах из исходного порошка зафиксировано выделение вольфрама и молибдена внутри частиц и на контактных границах спрессованного порошка. Кроме того, отмечено повышенное содержание железа в массе компакта. По-видимому, этот эффект является результатом перегрева компактов (рис. 7).

Наличия выделений новых фаз и элементов стальной оснастки в компактах из порошка, модифицированного оксидом иттрия, не выявлено (см. рис. 6, а). Следовательно, модификация поверхности частиц порошка нанопленкой Y_2O_3 позволяет исключить диффузию элементов внутрь частиц порошка и обеспечивает их прочное соединение как при компактировании, так и при последующем спекании. Нанопленки Y_2O_3 на поверхности частиц изолируют их от взаимодействия с графитом и ампулой.

Наблюдаемое частичное взаимодействие компакта из порошка, модифицированного смесью Y_2O_3-CoO , с углеродной подложкой при спекании указывает на наличие локальных участков, где наноплёнка отсутствует.

Выводы:

1. Ударно-волновое компактирование никелевых сплавов позволяет получать прочные компакты и сохранять исходную структуру порошка за счет снижения температуры спекания (значительно ниже температуры плавления).

2. Установлено, что нанопленка Y_2O_3 , нанесенная на поверхность частиц порошка ЭП741НП, в процессе ударно-волнового компактирования не разрушается.

3. Модификация поверхности частиц порошка нанопленкой Y_2O_3 позволяет исключить диффузию элементов внутрь частиц порошка при спекании.

4. Результаты работы могут быть рекомендованы для изготовления деталей, которые должны сохранять свои механические свойства, коррозионную стойкость и устойчивость к окислению в агрессивной среде газов с высокой температурой.

Библиографический список

1. Лепешев, А. А. Плазмохимический синтез нанодispersных порошков и полимерных нанокомпозитов / А. А. Лепешев, А. В. Ушаков, И. В. Карпов. – М-во образования и науки Российской Федерации, Сибирский федеральный ун-т, НОЦ (каф.) "Новые материалы и технологии", Сибирское отделение Российской академии наук, Красноярский науч. центр. – Красноярск : СФУ, 2012. – 327 с.
2. Вохидов, А. С. Нанология сегодня и завтра / А. С. Вохидов, Л. О. Добровольский // Станочный парк. – №5(61). – Санкт-Петербург. – 2009 – С. 38-42.
3. Рогозин, В. Д. Взрывная обработка порошковых материалов / В. Д. Рогозин. – Волгоград: РПК «Политехник», 2002. – 135с.