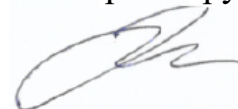


**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Рыбинский государственный авиационный
технический университет имени П. А. Соловьева»**

На правах рукописи



Игнатьев Захар Евгеньевич

**РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ
ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ
РАБОЧЕЙ ЛОПАТКИ ГТД ПРИ НАНЕСЕНИИ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ
ПОКРЫТИЙ**

Специальность 2.6.5 Порошковая металлургия и композиционные материалы

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель

д-р техн. наук, профессор Шатульский А. А.

Рыбинск – 2026

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	6
ГЛАВА 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ И ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ	13
1.1 Основные компоненты газотурбинных двигателей и предъявляемые к ним требования.....	13
1.2 Технология изготовления рабочих лопаток турбин	16
1.2.1 Конструкция рабочих лопаток.....	16
1.2.2 Получение отливок методом направленной кристаллизации	17
1.3. Общие сведения о жаропрочных никелевых сплавах	18
1.3.1 Характеристика легирующих элементов жаропрочных никелевых сплавов.....	19
1.4 Применение теплозащитных покрытий на ответственных деталях ГТД.....	21
1.4.1 Актуальность применения теплозащитных покрытий.....	21
1.4.2 История развития и назначение теплозащитных покрытий	22
1.4.3 Классификация жаростойких покрытий	24
1.4.4 Сравнение методов вакуумного нанесения покрытий	31
1.4.5 Химический состав жаростойких покрытий	33
1.4.4 Структура жаростойких покрытий.....	36
1.4.5 Свойства жаростойких металлических покрытий	37
1.4.6 Применение теплоизоляционных керамических покрытий на ответственных деталях ГТД.....	43
1.4.7 Физические процессы электронно-лучевого испарения	48
1.4.8 Основные этапы технологического процесса электронно-лучевого нанесения теплозащитных покрытий.....	51
1.4.9 Основные требования, предъявляемые к теплозащитным покрытиям	53
1.5 Краткие выводы к 1-й главе	55
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	56
2.1 Исследуемые материалы, их структура и свойства.....	56
2.1.1 Защищаемые сплавы	56
2.1.2 Теплозащитные покрытия	57
2.2 Методика проведения высокотемпературных испытаний.....	57
2.2.1 Используемое оборудование.....	57

2.2.2 Методика проведения изотермических испытаний.....	58
2.2.3 Методика проведения термоциклических испытаний	59
2.3 Оценка сопротивляемости высокотемпературной солевой коррозии.....	59
2.4 Исследование адгезионных свойств систем покрытий	60
2.5 Методика проведения металлографических исследований.....	62
микроструктуры	62
2.5.1 Пробоподготовка.....	62
2.5.2 Исследование микроструктуры и химического состава покрытий	62
2.6 Статистическая обработка полученных данных.....	63
ГЛАВА 3. ДЕФЕКТЫ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ ПО СЕРИЙНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ ОСАЖДЕНИЕМ В ВАКУУМЕ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ.....	64
3.1 Классификация и причины появления дефектов	64
3.2 Выводы по Главе 3	78
ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ ПЕРЕД НАНЕСЕНИЕМ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ДЕТАЛЕЙ.....	79
4.1 Механические методы подготовки поверхности	79
4.2. Химическое травление поверхности перед нанесением покрытий	88
4.3 Электрохимические методы подготовки поверхности перед нанесением покрытий	90
4.4 Результаты термоциклических испытаний образцов с разными методами подготовки поверхности.....	94
Выводы по Главе 4	95
ГЛАВА 5. АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА КАЧЕСТВО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ.....	96
5.1 Влияние температуры подложки на микроструктуру теплозащитных покрытий	96
5.2 Влияние скорости вращения штока на микроструктуру покрытия	105
5.3 Оценка комплексного влияния тока подогрева изделий и скорости вращения штока на микроструктуру покрытий.....	107
5.4 Влияние расположения деталей в камере на микроструктуру покрытий...	109

5.5 Разработка математической модели влияния параметров нанесения на толщину покрытий, сформированных электронно-лучевым осаждением в вакууме	114
5.6 Выводы по Главе 5	118
ГЛАВА 6. ТЕХНОЛОГИИ УЛУЧШЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ, НАНЕСЕННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ ИСПАРЕНИЕМ В ВАКУУМЕ.....	
6.1 Недостатки стандартной технологии нанесения теплозащитных покрытий	119
6.2 Многослойные теплозащитные покрытия, полученные электронно-лучевым методом	120
6.2.1 Описание технологии.....	120
6.2.2 Проведение испытаний.....	122
6.2.3 Выводы по результатам исследований	125
6.3. Электронно-лучевые покрытия с промежуточным слоем алюминия между керамическим и металлическим слоями.....	125
6.3.1 Описание технологии.....	125
6.3.2 Проведение испытаний.....	126
6.3.3 Выводы по результатам исследований	132
6.4. Электронно-лучевые покрытия с дополнительными слоями алюминид никеля	133
6.4.1 Описание технологии	133
6.4.2 Оценка сопротивляемости солевой коррозии систем покрытий	135
6.4.3 Оценка эффективности систем покрытий в условиях кратковременного циклического высокотемпературного воздействия при температуре 1100°С	156
6.5 Исследование адгезионных свойств систем покрытий методом склерометрии	173
6.6 Выводы по Главе 6	179
ГЛАВА 7. ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОПРОБОВАНИЕ РАЗРАБОТАННЫХ СИСТЕМ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ.....	
7.1 Методика проведения производственного опробования разработанных систем теплозащитных покрытий	181
7.2 Результаты проведения производственного опробования разработанных систем теплозащитных покрытий	183
7.3 Выводы по Главе 7	188
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	189

Приложение А	201
Приложение Б	202

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Повышение температуры газового потока в современных турбинах и вследствие этого повышение рабочей температуры на поверхности охлаждаемых лопаток до 1000—1150 °С, а также необходимость увеличения рабочего ресурса двигателей потребовали разработки более жаростойких и долговечных покрытий для турбинных лопаток [1] вместо имевших широкое распространение термодиффузионных покрытий. Последние в большинстве своем перестают удовлетворять новым, более жестким требованиям эксплуатации ввиду того, что ряд основных легирующих элементов литейных никелевых сплавов, полезных с точки зрения жаропрочности (молибден, вольфрам, ванадий, тантал, рений, рутений) оказывает отрицательное действие на жаростойкость. [2, 3, 4].

Обеднение поверхностного слоя сплавов в условиях высокотемпературного нагрева или эксплуатации титаном, алюминием, хромом ухудшает эксплуатационные свойства деталей. Катастрофическое разрушение жаропрочных сплавов наблюдается в условиях высокотемпературной коррозии в области 760—950 °С, когда в продуктах сгорания содержится незначительное количество солей щелочных металлов, в особенности Na_2SO_4 в результате попадания морской воды или сгорания топлива, содержащего микропримеси натрия и серы [5].

В более полной мере удовлетворяют современным требованиям многокомпонентные жаростойкие и коррозионностойкие покрытия на основе никеля и кобальта с содержанием хрома и алюминия. Подобные покрытия, создающие прочно сцепленные с осажденным слоем оксидные пленки на основе Al_2O_3 , обеспечивают надежную защиту жаропрочных сплавов от агрессивной окружающей среды и увеличивают рабочий ресурс лопаток турбин в 3—5 раз в зависимости от условий эксплуатации. Повысить защитный эффект таких покрытий позволяет нанесение внешнего керамического слоя.

Системы таких покрытий на лопатках обычно получают путём плазменного нанесения защитных слоев из керамики, обладающей низкой теплопроводностью.

Наиболее подходящим материалом для этих целей является диоксид ZrO_2 [6, 7]. Однако особенности структуры керамических и металлических покрытий при данном методе нанесения, а именно горизонтально ориентированная пористость, несплавление частиц порошка и наличие трещин, параллельных поверхности нанесения, не всегда обеспечивают требуемого ресурса долговечности покрытий.

Особого внимания в области технологии защиты лопаток ГТД представляют теплозащитные покрытия, получаемые электронно-лучевым испарением и конденсацией в вакууме. Получаемые таким способом керамические покрытия обладают сегментированной столбчатой структурой в отличие от произвольно слоистой структуры, характерной для плазменного напыления. Столбчатая структура теплозащитных покрытий обладает более высокими характеристиками прочности (величина предельных скалывающих напряжений), чем слоистая (при плазменном напылении) [8].

Дальнейшее ужесточение требований к двигателям привели к тому, что однослойные многокомпонентные покрытия $Me - Cr - Al - Y$, получаемые конденсацией в вакууме, все же исчерпывают свой защитный ресурс за весьма ограниченное время (300—6000 ч) [9]. Получение металлических покрытия в два этапа, с градиентным изменением химического состава по кобальту или алюминию [10, 11], равномерное введение небольших количеств оксидной фазы в матрицу [12, 13] металлического покрытия, и другие усовершенствования в технологии нанесения металлических покрытий, не разрешили вопросов, связанных с повышением сопротивляемости высокотемпературной газовой эрозии и коррозии. Необходимость защиты охлаждаемых лопаток от воздействия теплового потока требует, чтобы современные защитные покрытия обладали не только высокой жаростойкостью и коррозионной стойкостью, но и служили термическим барьером по отношению к тепловому излучению продуктов сгорания топлива [14].

Степень разработанности темы исследования

Исследования по разработке теплозащитных покрытий проводятся в настоящее время во многих российских вузах и исследовательских организациях (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, МАИ (национальный исследовательский университет), МГТУ имени Н.Э. Баумана, СПбГТУ, НИИЭМИ, Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Московский Политехнический университет, Юго-Западный государственный университет, МГТУ гражданской авиации, и др.). Однако, несмотря на многочисленные исследования отечественных и зарубежных ученых, до настоящего времени недостаточно внимания уделялось изучению особенностей формирования структуры керамических покрытий, наносимых электронно-лучевым испарением в вакууме, а также комплексному влиянию структуры и фазового состава покрытий на их защитные свойства.

Цель диссертационной работы - повышение ресурса рабочих лопаток ГТД на основе разработки и внедрения методов обеспечения структуры и фазового состава поверхностного слоя при нанесении теплозащитных покрытий.

Для достижения вышеуказанной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Установить степень влияния подготовки поверхности детали перед нанесением покрытий.
2. Определить влияние параметров процесса нанесения на структуру и свойства покрытий.
3. Определить влияние химического состава покрытий на сопротивление высокотемпературному окислению.
4. Определить влияние химического состава покрытий на сопротивление высокотемпературной солевой коррозии.
5. Разработать альтернативные технологии нанесения теплозащитных покрытий и проанализировать свойства полученных по этим технологиям покрытий.

Научная новизна:

1. Выявлен механизм влияния на структуру и свойства керамических теплозащитных покрытий основных технологических параметров установки при электронно-лучевом осаждении в вакууме, в частности установлено, что:

– при снижении тока подогрева в интервале 0,4 А до 0,1 А происходит формирование слоистой текстуры керамического слоя с сохранением столбчатой структуры кристаллов с одновременным снижением количества сквозных и увеличением количества закрытых вертикальных пор, а также повышение скорости роста толщины покрытия до 17%;

– при снижении числа оборотов штока установки на 75 % (с 12 до 3 оборотов в минуту) наблюдается формирование плотной микроструктуры у подложки с развитием столбчатых кристаллов у поверхности покрытия с ярко выраженной слоистой текстурой, а при увеличении числа оборотов на 67 % (с 12 до 20 оборотов в минуту) плотной столбчатой микроструктуры по всем сечениям покрытия со сквозными вертикальными порами;

– совместное варьирование значений тока подогрева и скорости вращения штока позволяет в широком диапазоне изменять микроструктуру покрытия, а, следовательно, и эксплуатационные свойства лопаток ГТД.

2. Предложен новый состав теплозащитного покрытия для рабочих лопаток ГТД, отличающийся формированием дополнительного микрослоя на основе моноалюминиды никеля между основным жаростойким и керамическим слоями или на поверхности керамического покрытия, что позволяет повысить долговечность теплозащитного покрытия в условиях высокотемпературных циклического (в среднем на 78 %) и коррозионного (в среднем на 18 %) воздействий. Также применение микрослоя на поверхности керамики привело к увеличению адгезионной прочности всей системы покрытия (уменьшению площади скола покрытия) в среднем на 80 %.

3. Предложена математическая зависимость, описывающая взаимосвязь технологических параметров нанесения керамических покрытий и толщины

керамического слоя при электронно-лучевом осаждении в вакууме, которая позволяет выбрать оптимальные режимы, обеспечивающие повышение производительности процесса и стойкости покрытия.

4. Установлено, что одной из причин снижения ресурса монокристаллитных рабочих лопаток ГТД является протекание рекристаллизационных процессов в поверхностном слое при эксплуатации, из-за остаточных напряжений, возникающих при пескоструйной очистке поверхности перед нанесением покрытий, внедрение нового способа подготовки поверхности, включающего механическую очистку с электролитической полировкой, позволило устранить этот недостаток и значительно повысить стойкость покрытий.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. Установлены закономерности изменения макро- и микроструктуры, фазового и химического состава поверхностного слоя лопатки в зависимости от параметров технологического процесса нанесения покрытия.

2. Разработан и опробован в условиях производства технологический процесс нанесения теплозащитных покрытий, обладающих повышенными эксплуатационными характеристиками.

3. Разработан экспериментально-аналитический метод контроля толщины покрытий, основанный на математической зависимости параметров процесса, который был опробован в условиях производства.

4. Предложена и опробована в условиях производства методика выбора параметров процесса нанесения покрытия на рабочие лопатки ГТД.

Методология и методы исследования:

Выплавка образцов производилась с использованием промышленной вакуумной индукционной плавильной установки. Нанесение покрытий проводилось на ионно-плазменной установке МАП-1 и электронно-лучевой установке Л-8. Высокотемпературные испытания проводились в муфельной печи. Для исследования микроструктуры использовались методы растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного анализа. Исследование

адгезионных характеристик проводилось с использованием скрэтч-тестера. Получение математической зависимости влияния параметров нанесения на толщину покрытий проводилось с использованием корреляционного и регрессионного анализов.

Положения, выносимые на защиту:

1. Результаты исследования влияния технологических параметров (тока подогрева поверхности, скорости вращения штока) нанесения керамических покрытий на их микроструктуру.

2. Состав теплозащитного покрытия, полученного технологией электронно-лучевого осаждения в вакууме с дополнительным микрослоем на основе моноалюминида никеля.

3. Математическая зависимость, отражающая взаимосвязь технологических параметров нанесения керамических покрытий и толщины керамического слоя при электронно-лучевом осаждении в вакууме.

4. Результаты анализа влияния технологии подготовки лопатки перед нанесением покрытий на формирование фазового состава и структуры поверхностного слоя.

Степень достоверности результатов. Достоверность результатов достигалась путем применением современных методов исследований и обработки экспериментальных данных, полученных на сертифицированном исследовательском оборудовании;

– корреляцией расчетных данных с результатами производственного опробования;

– корректным применением положений физического металловедения и теории жаропрочности и жаростойкости.

Личный вклад автора состоит в теоретическом обосновании поставленных целей и задач, планировании и проведении экспериментальных исследований, интерпретации и обобщении полученных результатов, формулировании выводов, разработке технологии получения новых теплозащитных покрытий и методик испытаний и исследований теплозащитных

покрытий, разработке математической модели и методики расчета характеристик теплозащитных покрытий, уточнении нормативной документации, апробации созданных систем покрытий.

Апробация результатов. Основные результаты диссертационной работы были доложены и обсуждены на: международном проекте «TheBarCode» при участии ПАО «ОДК-Сатурн» и научно-исследовательских институтов Technological Educational Institute of StereaEllada (Греция), PlasmaJets.r.l. (Румыния), NUMECA International S.A (Бельгия) и др.; VI Международном технологическом форуме «Инновации. Технологии. Производство»; III Всероссийской научно-технологической конференции «Высокотемпературные керамические композиционные материалы и защитные покрытия» в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ; Всероссийской научно-технической конференции «Прогрессивные материалы и технологии изготовления заготовок», Рыбинск; конкурсе «Авиастроитель года» по итогам 2021 года, 2022 г.; Международном технологическом форуме «Инновации. Технологии. Производство», 2024 г.; II Всероссийском научно-техническом форуме по двигателям и энергетическим установкам имени Н.Д. Кузнецова, 2024 г.; конкурсе на соискание III премии имени Б.И. Тихомирова, 2024 г.; конкурсе «Человек Ростеха» в номинации «Будущее промышленности», 2025 г., XXVI Всероссийском конкурсе «Инженер года», 2025 г.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 11 печатных работ, в том числе 6 статей в изданиях из перечня ВАК. Получен 1 патент на изобретение.

ГЛАВА 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ И ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ

1.1 Основные компоненты газотурбинных двигателей и предъявляемые к ним требования

Схематичное изображение газотурбинного двигателя представлено на рисунке 1.1.



Рисунок 1.1 – Схема газотурбинного двигателя

Компрессор – часть газотурбинного двигателя, в котором мощность (тяга), экономичность, габаритные размеры, масса, надежность и ресурс двигателя определяется степенью аэродинамического и конструктивного совершенства. Основные требования, предъявляемые к компрессорам:

1. Обеспечение заданного секундного расхода воздуха;
2. Обеспечение заданной степени повышения давления;
3. Обеспечение устойчивой работы в широком диапазоне частоты вращения ротора.

Камера сгорания. В газотурбинных двигателях процесс подвода тепла к потоку рабочего тела этот осуществляется в камере сгорания. Тепло подводится

за счет преобразования химической энергии топлива в тепловую. При этом температура рабочего тела возрастает от значения температуры за компрессором до значения температуры на входе в турбину. Основные требования, предъявляемые к камерам сгорания:

1. минимальные габаритные размеры камеры сгорания;
2. высокая полнота сгорания топлива на всех режимах работы двигателя;
3. минимальные потери полного давления в камере сгорания;
4. широкие пределы устойчивого горения;
5. надежный розжиг топлива в земных и высотных условиях;
6. отсутствие вибрационного горения;
7. поле температур на выходе из камеры сгорания должно в радиальном направлении иметь эпюру, определяемую предельно допустимыми напряжениями в рабочих лопатках турбины и соплового аппарата;
8. уровень выбросов дыма, несгоревшего топлива и газообразных веществ, загрязняющих атмосферу должен соответствовать Авиационным правилам [15] и международным нормам ИКАО [16];
9. отсутствие нагара на элементах конструкции камеры сгорания.

Турбина. Процесс расширения газа осуществляется в турбине – лопаточной машине, преобразующей потенциальную энергию газа (сжатого в компрессоре и нагретого за счет сжигания топлива в КС) в механическую работу на валу турбины. Преобразование энергии происходит в неподвижном лопаточном венце соплового аппарата и вращающемся лопаточном венце рабочего колеса. Сопловой аппарат состоит из сопловых лопаток, а рабочее колесо – из рабочих лопаток. Эти лопатки вместе с деталями корпуса образуют проточную часть турбины. Основные требования, предъявляемые к турбинам:

1. максимальный коэффициент полезного действия;
2. минимальный расход охлаждающего воздуха;
3. минимальная производственная себестоимость;
4. минимальная стоимость технического обслуживания;

5. обеспечение необходимого срока службы основных деталей;
6. наличие запаса по температуре газа перед турбиной.

Исходя из требований, предъявляемых к основным элементам ГТД, можно выделить материалы для изготовления основных компонентов ГТД и предъявляемые к ним требования (Таблица 1.1):

Таблица 1.1 – Требования к материалам основных компонентов ГТД

Компонент		Рабочая температура	Требования к материалам	Материал
Компрессор	Диски	400...650 °С	1. высокая прочность; 2. сопротивление центробежным нагрузкам; 3. сопротивление усталости	Титановые сплавы, сплавы на никелевой основе
	Лопатки		1. усталостная прочность; 2. сопротивление эрозии	Титановые сплавы, стали, сплавы на никелевой основе
Камера сгорания		до 1550 °С	1. сопротивление термическим ударам, 2. сопротивление окислению и газовой коррозии	Сплавы на никелевой основе
Турбина	Диски	950°С	1. прочность при центробежных и осевых нагрузках; 2. жаропрочность, 3. сопротивление ползучести; 4. жаростойкость;	Сплавы на никелевой основе

Окончание таблицы 1.1:

	Лопатки	950°С	5. сопротивление термическим ударам	Сплавы на никелевой основе, интерметаллиды
--	---------	-------	-------------------------------------	--

Проанализировав данные таблицы 1.1, можно увидеть, что наиболее нагруженным компонентом ГТД является турбина, а точнее лопатки турбины. Для соответствия требованиям, предъявляемым к лопаткам, их материал должен обладать комплексом особых свойств, которыми в значительной мере обладают никелевые сплавы. Однако ввиду большого количества легирующих элементов повышение термостабильности жаропрочных сплавов становится все более затруднительным. Наряду с высокой жаропрочностью лопатки должны обладать достаточной жаростойкостью, что не может быть достигнуто вследствие особенностей легирования, использующихся при разработке современных жаропрочных сплавов. Понижение температуры металла на 30-60°С может продлить срок эксплуатации газотурбинных двигателей. Это может быть достигнуто за счет применения теплозащитных покрытий, а именно комплексных систем, состоящих из внутреннего металлического жаростойкого слоя и внешнего керамического теплоизоляционного слоя, существенно снижает расход охлаждающего воздуха, увеличивает эффективность турбины и долговечность лопаток.

1.2 Технология изготовления рабочих лопаток турбин

1.2.1 Конструкция рабочих лопаток

Рабочие лопатки (Рисунок 1.2) – сложные и дорогостоящие детали турбины. Данный тип деталей турбины находятся под воздействием высокотемпературного газового потока. Более того, рабочие лопатки, в отличие от сопловых лопаток, подвергаются воздействию центробежных сил.

Напряжения, возникающие от центробежных сил, делают рабочие лопатки более чувствительными и к вибрационным нагрузкам. Необходимость противостоять всем этим нагрузкам определяет конструкцию рабочих лопаток и выбор материала.



Рисунок 1.2 – Элементы рабочей лопатки турбины

1.2.2 Получение отливок методом направленной кристаллизации

Для получения высоконагруженных деталей турбины ГТД с высокими эксплуатационными свойствами на сегодняшний день широко распространен как метод литья с направленной кристаллизацией, так и монокристаллитного.

Отсутствие границ зёрен, ориентированных поперечно направлению действующих напряжений, обеспечивает увеличение предела ползучести [17, 18]. Более того, уменьшение протяженности границ зёрен вызывает уменьшение высокотемпературной коррозии за счет уменьшения общей сегрегации по границам зёрен и количества путей, по которым может пройти процесс коррозии.

Равноосная крупнозернистая структура жаропрочных сплавов обеспечивает более высокие характеристики длительной прочности, но при этом является причиной низкой усталостной прочности [19 – 21]. Дефект данного типа также устраняется при процессе направленной кристаллизации. Помимо высокой жаропрочности, столбчатая и тем более монокристаллитная структуры металла с дендритным типом роста обеспечивают получение в сплаве высоких критических напряжений сдвига [22].

Благодаря методу литья с направленной кристаллизацией можно получать различные типы структур жаропрочных сплавов:

1. Многозеренная направленная структура, ориентированная вдоль кристаллографического направления $\langle 001 \rangle$.
2. Однозеренная монокристаллическая структура, с разориентацией блоков не более 8° .

1.3. Общие сведения о жаропрочных никелевых сплавах

Для изготовления основных компонентов турбин используются деформируемые и литейные сплавы. Из деформируемых материалов изготавливают диски и валы турбины и компрессора высокого давления (КВД), корпуса и жаровые трубы камеры сгорания, сопла, а также лопатки без развитой системы охлаждения. Деформируемые сплавы обладают ограниченными возможностями обеспечения необходимой жаропрочности, поскольку дальнейшее их легирование ведёт к практически полной потере их технологической пластичности при деформации. Предельные рабочие температуры нагрева деформируемых сплавов не превышают 1000°C . Для изготовления высоконагруженных лопаток, работающих при температурах более 800°C , со сложной конфигурацией внутренних охлаждаемых полостей используются литейные жаропрочные никелевые сплавы.

Развитие жаропрочных сплавов в России связано с именем академика С.Т. Кишкина и его гетерофазной теорией жаропрочности. Кишкин и сотрудники ВИАМ продолжили дальнейшее развитие и совершенствование жаропрочных никелевых сплавов для лопаток ГТД. Ими было установлено, литейные сплавы являются наиболее перспективными с точки зрения уровня жаропрочности, нежели деформируемые сплавы.

Рабочие лопатки являются наиболее нагретыми деталями турбины. При этом они подвержены высоким статическим напряжениям на разрыв и на изгиб, и динамическим напряжениям. В охлаждаемых лопатках на переходных режимах работы турбины возникают термические напряжения. Рабочие лопатки работают в газовой среде высокой температуры, содержащей, кроме кислорода, другие агрессивно действующие элементы, в том числе особенно опасные – ванадий и серу. Эти элементы способствуют развитию газовой коррозии, разрушающей лопатки. Поэтому материалы рабочих лопаток должны быть не только жаропрочными, но и жаростойкими, то есть устойчивыми против высокотемпературной коррозии.

1.3.1 Характеристика легирующих элементов жаропрочных никелевых сплавов

Ввиду того, что наиболее нагруженным компонентом ГТД является турбина, к жаропрочным материалам предъявляются следующие требования:

- прочность при центробежных и осевых нагрузках;
- сопротивление разрушению при высоких температурах;
- сопротивление ползучести;
- жаростойкость;
- сопротивление термическим ударам.

Современные жаропрочные сплавы на никелевой основе содержат от 4 до 15 различных легирующих элементов в тщательно контролируемых количествах и до 10 примесных элементов, содержание которых строго контролируется при

ведении плавки. Большинство никелевых сплавов содержат хром, алюминий, титан, кобальт, вольфрам, молибден, ниобий, углерод, небольшие количества бора, циркония, гафния, кремния, серы, фосфора, кальция и других элементов, которые входят в состав различных фаз, образующихся в сплавах (Таблица 1.2).

Таблица 1.2 – Легирующие элементы в литейных жаропрочных никелевых сплавах

Элементы	Эффект влияния
Co, Cr, Mo, W, Ta, Re	Упрочнение твердого раствора
Al, Ti, Nb, Ta, Hf	Дисперсионное упрочнение интерметаллидными фазами
Ta, Ti, Nb, Hf, W, V, Cr Cr, Mo, W Mo, W	Дисперсионное упрочнение при высоких температурах; Уменьшение проскальзывания по межзеренным границам; формирование карбидов типа MeC, Me ₇ C ₃ , Me ₂₃ C ₆ , Me ₆ C
C, B, Zr, Hf, La, Ce	Снижение зернограницной диффузии, упрочнение границ зерен, увеличение вязкости разрушения
Al, Cr, Hf, La, Y	Сопротивление газовой коррозии
Cr, Ti	Сопротивление сульфидной коррозии
Al, Ti, Hf, Ta, W, Mo	Повышение температуры полного растворения γ' -фазы
Re, W	Повышение температуры солидуса

Таким образом, принципы легирования для обеспечения высокого уровня жаропрочности и жаростойкости совершенно разные, поэтому при разработке сплавов исходят из необходимости достижения требуемой жаропрочности, а жаростойкость обеспечивается за счет покрытий.

1.4 Применение теплозащитных покрытий на ответственных деталях ГТД

1.4.1 Актуальность применения теплозащитных покрытий

Дальнейшее увеличение удельной мощности и коэффициента полезного действия газотурбинных двигателей связано с повышением рабочих температур, увеличением агрессивности окружающей среды и, следовательно, с предъявлением еще более жестких требований к высокотемпературным конструкционным материалам. Современные жаропрочные материалы на основе железа, никеля и кобальта практически исчерпали свои возможности по жаростойкости. Тугоплавкие металлы и сплавы, несмотря на высокую прочность при высоких температурах, не находят широкого применения из-за низкой жаростойкости, пластичности и технологичности.

Создание новых газотурбинных двигателей (ГТД) для авиации, а также транспортных и стационарных газотурбинных установок (ГТУ) во многом определяется разработкой новых жаропрочных материалов с повышенными эксплуатационными свойствами. Тяга двигателя, характеристики его экономичности и массогабаритные показатели зависят от температуры газа на входе в турбину и количества отводимой теплоты. Поэтому основная тенденция развития газотурбинных двигателей состоит в непрерывном увеличении температуры газа на входе в турбину. В свою очередь это требует повышения служебных характеристик материалов горячего тракта двигателя и прежде всего длительной прочности и термостойкости жаропрочных сплавов [23]. Создание теплозащитных покрытий — кардинальное и экономически оправданное решение проблемы сочетания высокой конструктивной прочности материалов со способностью противостоять химическому разрушению при высоких температурах.

1.4.2 История развития и назначение теплозащитных покрытий

Повышение рабочих температур современных жаропрочных сплавов затруднено ввиду большого количества легирующих элементов, сложности подбора оптимального состава и значительными финансовыми затратами на разработку новых сплавов. Использование теплозащитных покрытий, наряду с системами внутриканального охлаждения, позволяет снизить температуру изделия при неизменной температуре газового потока.

Под понятием «теплозащитное покрытие» следует понимать систему совместно работающих покрытий. Внешний слой теплозащитного покрытия предназначен для создания температурного градиента, благодаря которому снижается температура на поверхности основного материала изделия. По этой причине внешний слой изготавливается из керамических материалов, обладающих низкой теплопроводностью (Рисунок 1.3). Основным материалом для внешнего слоя является диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия ($ZrO_2-Y_2O_3$). Подробнее о том, почему был выбран именно этот материал, будет рассказано в следующих частях работы.

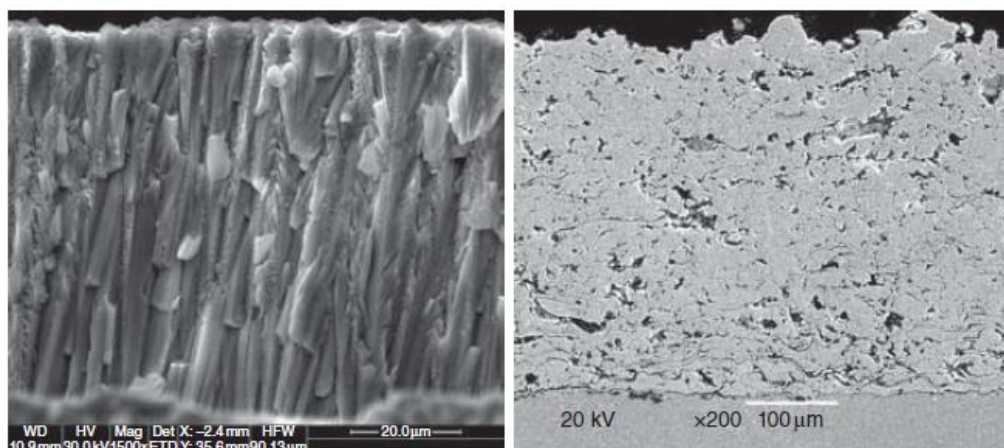


Рисунок 1.3 – Микроструктура теплоизоляционного слоя при электронно-лучевом (а) и плазменном (б) нанесении покрытий

Первым случаем применения теплозащитных покрытий для аэрокосмической отрасли считается использование спеченных эмалей NASA и Американским бюро стандартов NBS. Теплозащитное покрытие было применено при испытаниях секции турбины испытательного двигателя. Ввиду успешного прохождения испытаний, впоследствии была разработана технология нанесения теплозащитных покрытий с помощью газопламенного напыления. В качестве теплоизоляционного материала был использован диоксид циркония, стабилизированный оксидом магния и оксидом кальция, а также оксид алюминия (патент США № 4289447). Свойства диоксида циркония оказались наиболее приемлемыми для газотурбинной отрасли того времени. Однако с последующим развитием промышленности и диоксид циркония, стабилизированный оксидом кальция, и оксид алюминия оказались не лучшим выбором для теплоизоляционного материала в теплозащитных покрытиях из-за своих теплофизических характеристик.

Новой вехой развития теории и технологии нанесения теплозащитных покрытий стала середина 1970-х годов. Инновационный для того времени метод заключался в нанесении двухслойного покрытия плазменным напылением в воздушной атмосфере (APS). Данное покрытие включало в себя внешний слой пористого керамического материала из оксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия ($ZrO_2-Y_2O_3$), и внутреннего жаростойкого связующего покрытия на основе системы Ni-Cr-Al-Y компании Union Carbide (США). Дальнейшее разработки и исследования в области термобарьенных покрытий и по сей день ведутся во многих странах мира, например, в Китае (Пекинский университет авиации и космонавтики), Украине (Международный центр электронно-лучевых технологий ИЭС им. Е.О.Патона), а также России (Всероссийский институт авиационных материалов).

В условиях воздействия высоких температур двигателя и окислительной атмосферы, а в случае двигателей морской тематики, и солевой коррозии, встаёт вопрос о защите материала изделий газотурбинного двигателя от негативного

воздействия вышесказанных факторов. Никелевые сплавы, показывая высокие характеристики жаропрочности, зачастую обладают низкими показателями жаростойкости. Поэтому поверхность никелевых жаропрочных сплавов покрывается слоем жаростойкого материала. Долговечность теплозащитного покрытия определяется долговечностью каждой составляющей этой системы. Как показывает практика, разрушение теплозащитных покрытий происходит по границе «внешний керамический слой – металлический жаростойкий подслоя» ввиду окисления металлического слоя и возникающих напряжений на границе раздела слоёв. Именно поэтому только совместная работа этих слоёв обеспечит повышение как ресурса покрытия, так и изделия в целом.

1.4.3 Классификация жаростойких покрытий

Свойства жаростойких покрытий определяются в основном их толщиной, концентрацией алюминия, а также наличием в них легирующих элементов (как попадающих из сплава–основы, так и специально вводимых). Различают диффузионные и конденсационные покрытия.

Диффузионные покрытия

Процесс формирования покрытий на металлах и сплавах диффузионным методом включает три основные стадии: доставка насыщающего вещества покрытия, адсорбция и реакционная диффузия. В некоторых способах получения покрытий диффузионным методом стадия доставки осуществляется механически. Основное различие методов нанесения покрытия заключается в реализации того или иного механизма доставки [24].

Существуют следующие методы получения диффузионных покрытий:

- насыщение из порошковых смесей с галогенидными активаторами;
- насыщение из суспензий;
- насыщение из паровой фазы в вакууме;
- насыщение из расплавов солей;

– электрофоретическое нанесение насыщающих составов.

Конденсационные покрытия

Уже в 80–х годах прошлого века испытания двигателей РД–33 и АЛ–31 показали, что использование диффузионных покрытий (порошковое алитирование) на рабочих лопатках турбины высокого давления (ТВД) в полной мере не способно обеспечить их защиту. Повышение уровня напряженности лопаток ТВД и рост рабочей температуры в двигателях на $\sim 150^\circ$ сделали невозможным дальнейшее использование технологии изготовления жаростойких покрытий путём диффузионного насыщения. К требованиям, предъявляемым к новым покрытиям, относились: защита рабочих лопатки турбин ГТД от высокотемпературной ($1100\text{--}1150^\circ\text{C}$) газовой коррозии, обеспечение требуемого уровня сопротивления к образованию на поверхности лопаток трещин термической усталости, повышение ресурса лопатки. Учитывая опыт США, в качестве новых покрытий были выбраны конденсированные многокомпонентные покрытия системы Me-Cr-Al-Y . Основные методы нанесения конденсационных покрытий представлены на Рисунке 1.4.



Рисунок 1.4 – Способы нанесения конденсационных жаростойких покрытий

Плазменное нанесение покрытий

Микроструктура и схема процесса плазменного напыления представлена на Рисунках 1.5 и 1.6. В плазменном напылении для нагрева и расплавления исходных материалов используется плазма. Толщина наносимого покрытия измеряется от нескольких микрометров до нескольких миллиметров, используя разные материалы, включая металлы и керамику. При плазменном напылении наносимый материал представляет собой порошок, а в некоторых случаях и жидкая суспензия, вносимая в плазменный факел. В факеле, где температура более 10000 К, материал расплавляется и направляется на подложку. При столкновении с подложкой расплавленные частицы сплющиваются и быстро затвердевают, формируя покрытие. Формирование покрытий и технология их нанесения подробно рассмотрена в работах [25–29].

Наибольшее распространение получили следующие процессы плазменного напыления покрытий:

- атмосферное плазменное напыление (APS);
- плазменное напыление под низким давлением (LPPS);

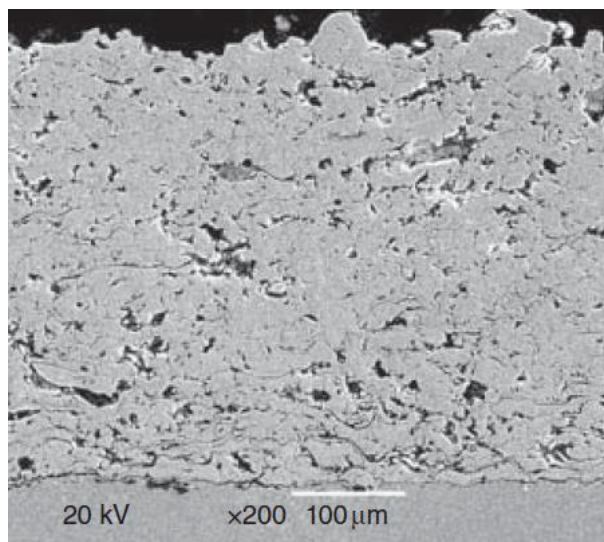


Рисунок 1.5 – Микроструктура плазменного покрытия

Атмосферное плазменное напыление (APS) – процесс нанесения, протекающий при нормальном давлении и воздушной атмосфере, который

применяется при нанесении керамических и металлических покрытий. В процессе нанесения частицы расплавляются, и при столкновении с подложкой деформируются, в результате чего происходит быстрое затвердевание. Основным недостатком данного метода является интенсивное окисление в воздушной среде как исходных частиц порошка при введении их в плазменный факел, так и уже сформировавшегося покрытия.

При плазменном напылении под низким давлением плазмотрон и покрываемая деталь помещаются в герметичную вакуумную камеру. Вакуум снижает скорость окисления исходного порошка, расплавляемого в плазменном пучке, и также обеспечивает увеличение скорости нанесения расплавленных частиц из-за снижения сопротивления воздуха. Низкое давление также увеличивает длину плазменной дуги, так что дальность нанесения тоже может быть увеличена от 8–12 см при стандартном плазменном напылении до 28–32 см при плазменном напылении под низким давлением. Данный метод нанесения характеризуется однородной и компактной микроструктурой, низкой пористостью, высокой чистотой, отсутствием оксидных включений и гладкой поверхностью. Сопротивление окислению так же значительно повышается.

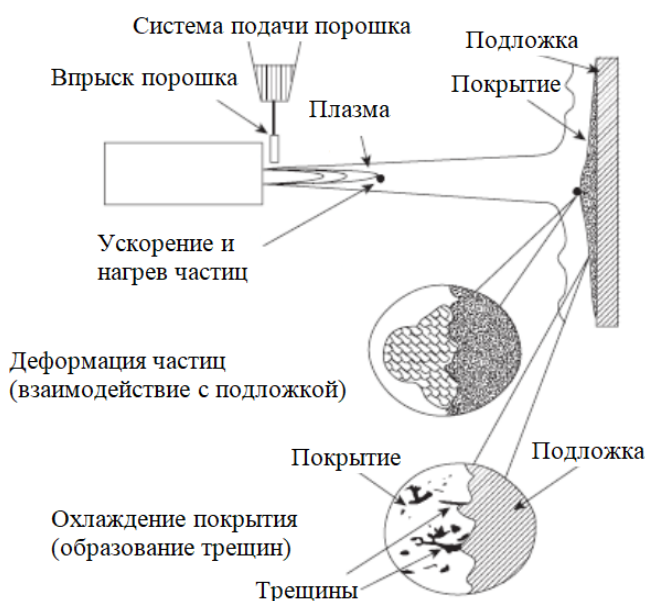


Рисунок 1.6 – Схема процесса атмосферного плазменного напыления

Нанесение порошка мелкой фракции приводит к формированию мелкозернистой структуры, что положительно сказывается на механических свойствах покрытий (твердости и прочности). Однако из-за действия сил поверхностного натяжения потока смеси порошок фракцией менее 5–10 мкм использовать не представляется возможным. В связи с этим был разработан процесс плазменного напыления суспензий (SPS). При этом процессе наночастицы находятся в жидкости во взвешенном состоянии перед внесением в плазменный факел.

Ионно–плазменные покрытия

В авиационной промышленности для создания жаростойких покрытий одним из наиболее применяемых является ионно–плазменный метод вакуумной плазменной технологии высоких энергий (ВПТВЭ) [30 – 32]. Покрытия, нанесенные данным способом, характеризуются плотной структурой (Рисунок 1.7). Между анодом и катодом, в качестве которого выступает материал покрытия, зажигается вакуумно–дуговой разряд. Вследствие этого разряда образуется катодное пятно, являющееся источником плазмы осаждаемого материала. Плазма генерируется с внешней поверхности катода, выполненного в форме полого цилиндра.

Осаждение испаряемого материала происходит вследствие отрицательного потенциала, подаваемого на наносимую деталь. Благодаря управлению подаваемым на деталь напряжением можно проводить предварительную очистку поверхности деталей.

Осуществляется данный процесс при высоких напряжениях (300–600 В). При осаждении значение вакуума в рабочей камере поддерживается на уровне 10^{-1} Па. Конденсация покрытия происходит при напряжении 5–10 В. Этим методом наносят защитные покрытия различных систем: Ni – Cr – Al – Y, Ni – Co – Cr – Al – Y, Ni – Al – Y, Al – Si – Y и др. На Рисунке 1.8 представлена схема вакуумно-плазменной установки.

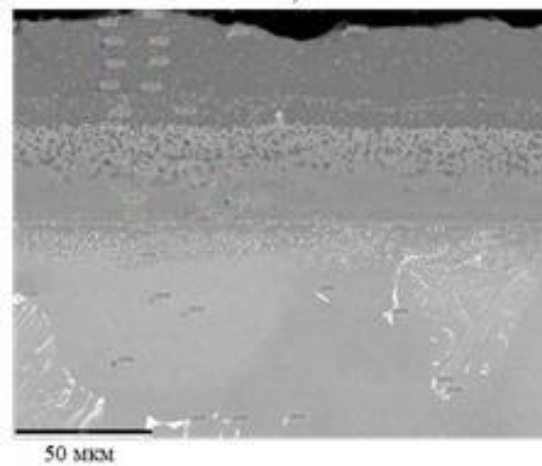


Рисунок 1.7 – Микроструктура жаростойкого покрытия СДП–41+ВСДП–16
[25]

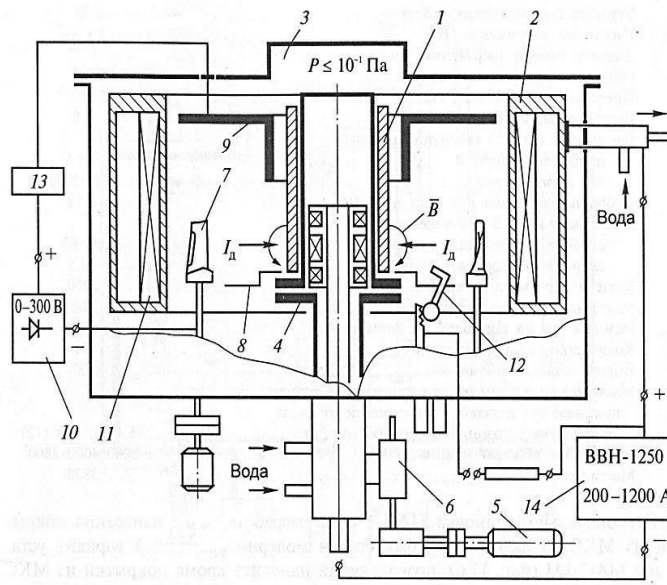


Рисунок 1.8 – Принципиальная схема установки МАИ–1М:

B — магнитное поле; I_d — ток дуги, 1 — катод; 2 — анод; 3 — вакуумная камера; 4 — электромагнитный фиксатор катодных пятен; $5, 6$ — привод перемещения катода; 7 — покрываемые изделия; 8 — экран катода; 9 — опорный электрод; 10 — источник подачи отрицательного потенциала на изделия; 11 — магнитная катушка; 12 — поджигающий электрод; 13 — блок защиты изделий от микродуговых привязок; 14 — источник питания вакуумной дуги.

Существенный вклад в развитие теории и технологии вакуумно–плазменного осаждения внесли сотрудники ВИАМ, на базе которого были разработаны уникальные установки МАП–1, МАП–1М и МАП–2, ВИАМ МЭШ–50, предназначенные для нанесения покрытий. На основе вакуумной плазменной технологии высоких энергий был запатентован способ получения износостойкого высокотемпературного покрытия [33].

Электронно–лучевой метод испарения с конденсацией из паровой фазы

Данный способ нанесения покрытий широко распространен в авиационной промышленности. Нагрев и испарение конденсируемого материала происходит при воздействии электронного луча, сфокусированного на испаряемом материале (мишени) в условиях глубокого вакуума. Характерной особенностью данного метода является управление микроструктурой покрытия (Рисунок 1.9). В рассматриваемом методе нанесения покрытий в качестве источника нагрева используется электронный луч. В качестве испаряемых материалов можно использовать не только металл, но и керамику. Покрытия, нанесенные этим методом, характеризуются хорошей адгезией с подложкой по сравнению с покрытиями, нанесенными плазменным напылением. Управление такими параметрами электронного луча, как мощность и диаметр пятна электронного пучка, позволяет получать однородные по толщине покрытия.

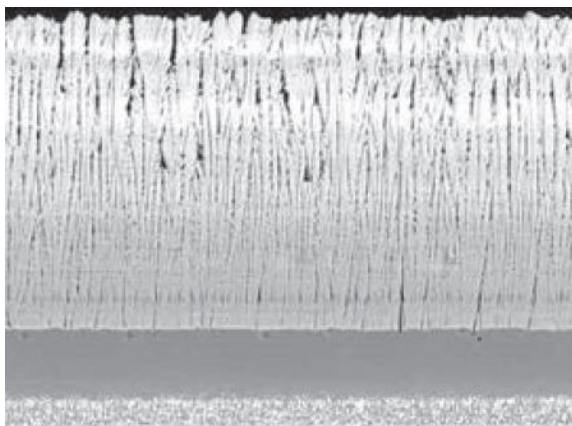


Рисунок 1.9 – Микроструктура комплексного покрытия, нанесенного электронно-лучевым испарением [34]

Установка (Рисунок 1.10) состоит из рабочей камеры и камеры предварительного вакуумирования. В пространстве рабочей камеры расположены несколько электронных пушек. Одна пушка используется для нагрева поверхности детали, остальные – для нагрева материала слитка с последующим его испарением. В рабочей камере также установлены три водоохлаждаемых медных тигля. По мере процесса испарения слитки медленно подаются вверх для формирования жидкой ванны испаряемого материала. Каждая пушка может нагревать отдельный тигель со слитком. Для равномерного нанесения покрытий в установке предусмотрено вращение деталей.

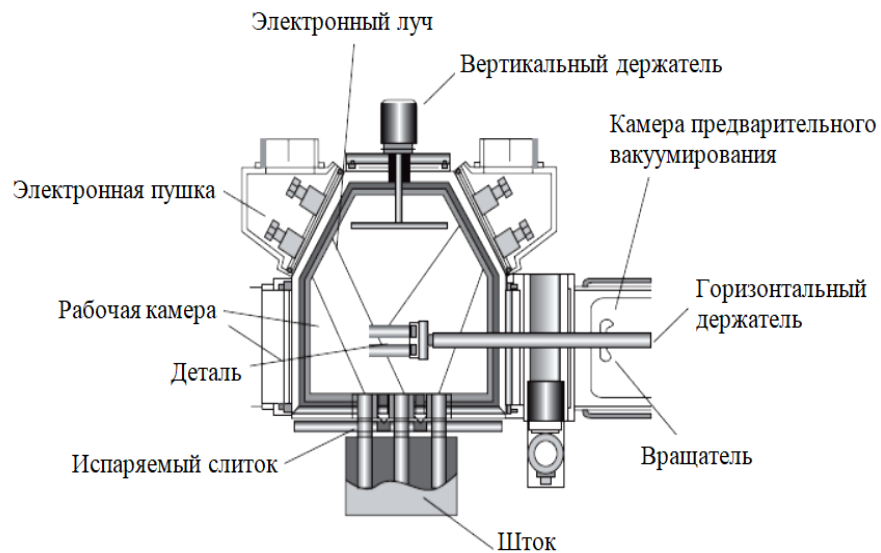


Рисунок 1. 10 – Схема электронно-лучевой установки для нанесения покрытий [1]

1.4.4 Сравнение методов вакуумного нанесения покрытий

Проанализировав вышесказанные методы нанесения теплозащитных покрытий в вакууме, можно выделить достоинства и недостатки данных технологий (Таблица 1.3).

Увеличение температуры газа в авиационных ГТД и рост агрессивности топлива, используемого в промышленных и корабельных ГТУ, привели к тому,

что однослойные многокомпонентные покрытия $Me - Cr - Al - Y$, получаемые конденсацией в вакууме, все же исчерпывают свой защитный ресурс за весьма ограниченное время (300—6000 ч) [35]. Необходимость защиты охлаждаемых лопаток от воздействия теплового потока требует, чтобы современные защитные покрытия обладали не только высокой окалино- и коррозионной стойкостью, но и служили термическим барьером по отношению к тепловому излучению продуктов сгорания топлива [36, 37].

Таблица 1.3 – Сравнение методов нанесения покрытий в вакууме

Метод нанесения	Достоинства	Недостатки
Вакуумное плазменное напыление	<ol style="list-style-type: none"> 1. Среднее качество адгезии 2. Высокая плотность металлических жаростойких слоев 3. Высокий процент использования материалов для покрытия (до 40%) 4. Наиболее высокая точность контроля состава покрытия, чем при любом другом процессе. 5. Напыление материалов с различием давлений пара 6. Отсутствие структурных изменений подложки. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Наличие в структуре покрытия несплавленных частиц порошка 2. Применение материалов со стабильной жидкой фазой 3. Минимальная толщина покрытий ограничена размерами частиц порошков 4. Высокая шероховатость поверхности покрытия
Вакуумно-дуговое нанесение	<ol style="list-style-type: none"> 1. Управляемый нагрев и термоактивация подложки 2. Ионная очистка поверхности 3. Высокая плотность материала 4. Высокая точность и воспроизводимость процесса 5. Высокая степень соответствия стехиометрических составов испаряемого слитка и покрытия 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Возможность образования капельных фаз 2. Нанесение только токопроводящих материалов

Окончание таблицы 1.3:

Электронно-лучевое испарение	<ol style="list-style-type: none"> 1. Нанесение неметаллических материалов 2. Столбчатая структура керамического покрытия 3. Нанесение процесса по одностадийной технологии 4. Высокая точность и воспроизводимость процесса 5. Высокая производительность процесса 6. Ионная очистка поверхности 7. Испарение сразу нескольких материалов 8. Низкая шероховатость поверхности покрытия 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Возможность попадания брызг материала слитка на поверхность детали 2. Низкая плотность металлических жаростойких покрытий
------------------------------	---	---

1.4.5 Химический состав жаростойких покрытий

Алюминий. Важнейшим элементом в жаростойких покрытиях является алюминий, который в сочетании с никелем является основой жаростойких покрытий. В зависимости от концентрации алюминия в покрытии может образовываться множество алюминидных фаз (Рисунок 11). Исходя из требований жаростойкости, наиболее оптимальной фазой в жаростойких покрытиях является моноалюминид никеля NiAl.

Хром. С целью увеличения жаростойкости в состав покрытий для увеличения активности алюминия вводят хром. При наличии 8 — 10 % Cr и содержании 5 — 6 % Al при высокотемпературной эксплуатации в покрытии образуется оксидная пленка Al_2O_3 с высокими показателями защитных свойств.

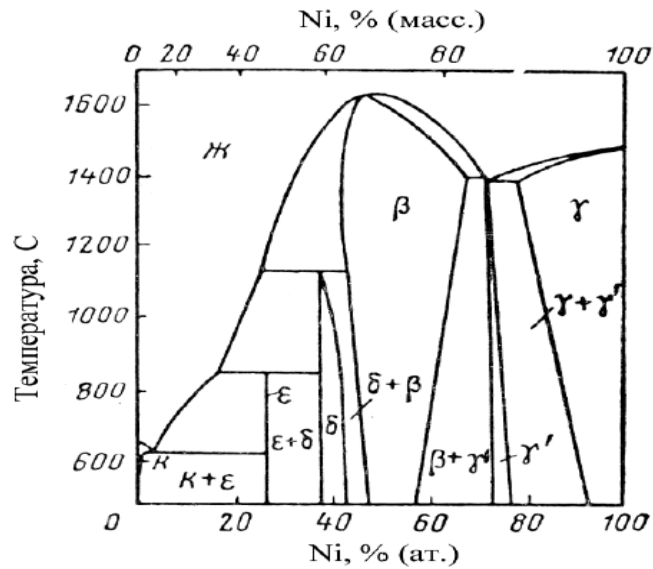


Рисунок 1.11 – Диаграмма состояния Ni – Al

В случае отсутствия хрома для образования сплошной пленки Al_2O_3 требуется не менее 15 % Al. С уменьшением содержания алюминия NiAl растворимость в нем хрома возрастает [38]. Благодаря хрому в покрытиях сохраняется фаза β -NiAl в течение более длительного времени, когда алюминий расходуется на образование окалины α - Al_2O_3 или диффундирует из покрытия в защищаемый сплав. Помимо увеличения жаростойкости, хром положительным образом влияет на пластичность покрытия из-за возможности снижения в нём концентрации алюминия. Более того, сплавы системы Ni — Co — Cr — Al с содержанием хрома от 15 % обладают высокой сопротивляемостью сульфидной коррозии.

Изменяя содержание хрома и алюминия в наносимых материалах, можно получать различные сочетания пластичности, жаростойкости, сопротивления термической усталости и эрозионной стойкости конденсированных покрытий (с учетом характеристик защищаемого сплава) в условиях циклического окисления и газовой коррозии, усугубленной серой и хлоридами (Рисунок 1.12).



Рисунок 1.12 – Зависимость характеристик металлических покрытий от их состава [44, 45]

Кобальт в никелевых сплавах увеличивает термическую стабильность фазы β -NiAl, частично замещая атомы никеля в решетке интерметаллида. В защитных покрытиях Ni — Co — Cr — Al — Y область $\gamma + \beta$ стабильна до комнатной температуры и $\gamma' + \alpha$ -фазы не должны образовываться [39]. Это положение верно лишь для равновесных условий. Поскольку структура покрытия формируется в условиях больших пересыщений (при температуре подложки 850—900 °C), возможно образование неравновесных фаз в покрытии. Поэтому покрытия Ni — Co — Cr — Al — Y непосредственно после осаждения содержат небольшое количество γ' -Ni₃Al [40].

Иттрий. Увеличение термостойкости оксидной пленки в условиях частых теплосмен и скоростных газовых потоков достигается введением в сплавы иттрия

[41, 42]. Рекомендуемое содержание находится в пределах 0,1 — 0,5 %. Большое количество иттрия вводится в сплавы Me — Cr — Al с низким содержанием хрома и алюминия. При одинаковом эффекте увеличения жаростойкости иттрия требуется несколько больше, чем РЗМ. Редкоземельные элементы благодаря низкой стоимости более широко применяются в качестве добавок к жаростойким сплавам, однако в конденсированных материалах преимущественно используется иттрий, поскольку его температура плавления и упругость пара более близки соответствующим значениям железа, кобальта, никеля и хрома. Обладая большим сродством к кислороду, иттрий, находящийся вблизи поверхности, быстрее окисляется с образованием Y_2O_3 . Частицы Y_2O_3 и $YAlO_3$ являются центрами роста непрерывного защитного слоя Al_2O_3 . Образуется мелкозернистый слой окалины, прочно связанный с покрытием.

Кремний. Введение Si от 2% (ат.) до 4 % (ат.) в сплавы Ni— Al показало положительное его влияние на стабилизацию β -фазы, кремний замещал алюминий в решетке β -фазы и существенно повышал ее твердость [43].

1.4.4 Структура жаростойких покрытий

В зависимости от химического состава испаряемых сплавов структура конденсированных покрытий и их фазовый состав различаются.

Структура покрытий **Co — Cr — Al — Y** в после отжига при температуре 1040... 1080 °С в течение 2 ч в вакууме представляет собой γ -твердый раствор на основе кобальта, содержащий до 25 % Cr и 3 % Al, в котором находятся частицы интерметаллида β -CoAl (до 30 % по объему) и α -Cr. Фаза σ -CoCr, которая имеется в покрытиях непосредственно после осаждения, в результате отжига растворяется в твердом растворе. Поскольку хром снижает растворимость алюминия в кобальте, избыточный алюминий расходуется на образование β -CoAl. Интерметаллидная фаза в покрытии Co — 22% Cr — 12 % Al — 0,2 % Y содержит 25—28 % Al и 6—8 % Cr, остальное — кобальт [46].

Основными структурными составляющими в покрытиях Ni — Cr — Al — Y являются: твердый раствор хрома и алюминия в никеле — γ -фаза, интерметаллидные фазы γ' -Ni₃Al и β -NiAl, а также твердый раствор на основе α -хрома. При содержании алюминия свыше 8 % в покрытиях наряду с γ' -фазой образуется интерметаллид β -NiAl, объемная доля которого возрастает с повышением концентрации алюминия в испаряемых сплавах [47].

Для анализа фазового состава покрытий Ni — Cr — Al — Y, осажденных на жаропрочные никелевые сплавы, целесообразно использовать изотермические разрезы диаграмм состояния Ni — Cr — Al. Интерметаллид γ -NiAl имеет ГЦК-решетку, фазы β -NiAl и β -CoAl — ОЦК-решетку. В β -NiAl растворимость хрома при 20 °С составляет 2,5 %, а при 1445 °С около 10 %.

В соответствии с диаграммой фазового равновесия в конденсатах системы Ni — Cr — Al при 1020 °С должен наблюдаться переход $\gamma + \beta \leftrightarrow \alpha + \gamma'$ [48]. При более высоких температурах в структуре покрытий будут преобладать $\gamma + \beta$ -фазы, а при снижении температуры, ближе к границе раздела с защищаемой поверхностью охлаждаемой лопатки, расширяется область существования $\alpha + \gamma'$ -фазы.

1.4.5 Свойства жаростойких металлических покрытий

Жаростойкость. Жаростойкость покрытий, получаемых осаждением в вакууме, регулируют исходя из требований эксплуатации изделий выбором оптимального соотношения компонентов в испаряемом сплаве, в первую очередь хрома и алюминия, именно этим элементам в окислительном процессе сложных сплавов и принадлежит основная роль. Жаростойкость конденсатов и покрытий Me — Cr — Al — Y определяется главным образом содержанием алюминия в испаряемых сплавах. С увеличением концентрации алюминия длительное сопротивление окислению возрастает и повышается рабочий ресурс конденсированных покрытий [49, 50].

Долговечность покрытий на основе кобальта и никеля при изотермическом окислении определяется температурой испытаний. Критерием разрушения покрытия является уменьшение объемной доли β -фазы в покрытии. В основном исчерпание защитных свойств покрытий Ni—Co—Cr—Al—Y (и особенно Fe—Cr—Al—Y) при высокой (свыше 1000 °C) температуре связано с диффузией алюминия в подложку, так как на восстановление окалины Al_2O_3 в покрытиях, содержащих иттрий, требуется ограниченное количество алюминия. Даже незначительные количества иттрия (0,01—0,03 %) увеличивают сцепление оксидной пленки с защитным слоем, тем самым повышая ее термостойкость. Когда содержание алюминия в покрытии составляет 11,5—13 % и более, в составе окалины присутствует только $\alpha-Al_2O_3$.

Покрытия Co—(Ni)—Cr—Al—Y при температуре металла выше 1000 °C и длительном сроке эксплуатации (более 300 ч) менее эффективны в сравнении с покрытиями Ni—Cr—Al—Y. Пленка оксида Al_2O_3 на кобальтовых покрытиях не столь совершенна (плотная), какой является окалина Al_2O_3 в покрытиях на никелевой основе. Она легче отслаивается при теплосменах, обнажая подокалиниый слой, состоящий преимущественно из шпинели $CoAl_2O_4$.

Диффузия кобальта и алюминия из покрытия в защищаемые никелевые сплавы приводит к существенному увеличению ширины диффузионной зоны. В литейных сплавах ЖС6К, ЖС6У, ЖС6Ф ширина зоны взаимодействия примерно одинакова при одной температуре. По ширине образующейся диффузионной зоны можно косвенно судить об уровне действующих температур в определенных сечениях детали.

Коррозионная стойкость. Конденсация на рабочей части лопаток шлака с низкой температурой плавления вызывает в алюминидных и многокомпонентных покрытиях на основе никеля и кобальта коррозионные повреждения, имеющие свои отличительные особенности. Процесс коррозии лопаток турбин делят на два типа [51]:

1) высокотемпературная газовая коррозия в интервале 830—950 °С, характерным признаком которой является наличие обедненной алюминием и хромом внешней зоны покрытия и образование сульфидных включений во внутренних объемах защитного слоя перед основным фронтом коррозии, межзеренная природа коррозионного разрушения жаропрочных сплавов;

2) низкотемпературная газовая коррозия в интервале 600-780° С, когда не наблюдается какого-либо истощения (обеднения) внешних слоев покрытия легирующими элементами и отсутствуют сульфидные включения в объеме покрытия; продукты коррозии представляют собой плотные слои сульфидов. Скорость коррозии возрастает, начиная с 540 до 675°С, и затем резко снижается с увеличением температуры [52].

Конденсационные покрытия на основе никеля с 18-20 % Cr подвержены ускоренному разрушению в расплавах сульфата и хлорида натрия в связи с наличием в структуре нестойкой в коррозионном отношении γ' -фазы. Увеличение содержания хрома до 40 % способствует устойчивости β -фазы. Такие покрытия равноценны по коррозионной стойкости кобальтовым покрытиям и даже превосходят их в случае применения в турбинах низкого давления [56]. Хром увеличивает активность алюминия, способствуя образованию Al_2O_3 в покрытии Ni — Cr — Al — Y при низком (4—5 %) содержании алюминия, и Al_2O_3 , образующимися при окислении защитного слоя.

Покрытия Co — Cr — Al — Y обладают исключительной стойкостью против высокотемпературной газовой коррозии при наличии солей морской воды, в связи с чем они получили широкое распространение для защиты лопаток приводных турбин ГПА, энергетических и судовых ГТУ [48, 53, 54]. Зависимость коррозионной стойкости вакуумных конденсатов и покрытий на основе кобальта от содержания в них алюминия и хрома при окислении под слоем синтетической морской соли и в продуктах сгорания газотурбинного топлива показана на Рисунке 1.13.

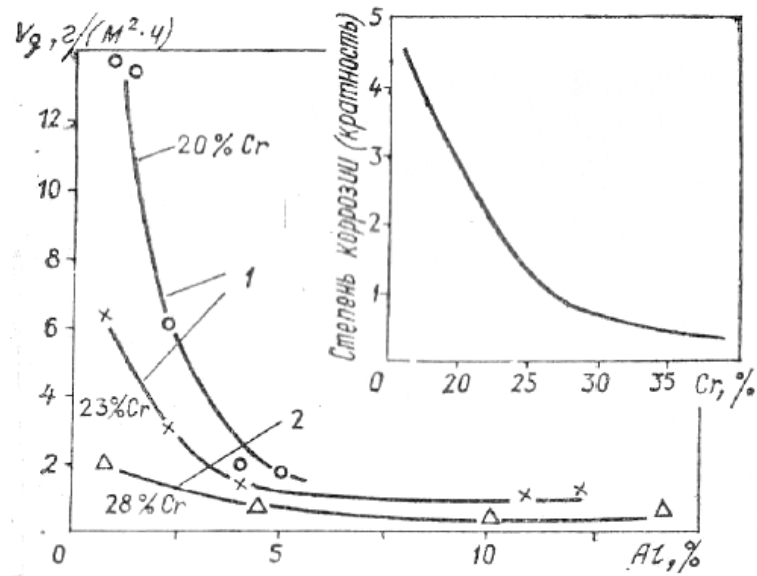


Рисунок 1.13 – Зависимость скорости коррозии (потери массы) вакуумных конденсаторов и покрытий Co—Cr—Al—Y на никелевых сплавах от содержания хрома и алюминия. Изотермическое окисление на воздухе под слоем черноморской соли в течение 30 ч: 1 — 900 °С; 2 — 950 °С [55]

Пластичность. В многокомпонентных покрытиях Me — Cr — Al — Y порог хрупко-вязкого перехода ниже по сравнению с диффузионными покрытиями. Покрытия на лопатках ГТД допускают предельную деформацию (упругую и пластическую) до разрушения, равную 0,6 %. Поэтому при конденсированных и других видах покрытий в качестве порога хрупко-вязкого перехода принимают ту температуру, при которой защитный слой, нанесенный на образец для одноосного растяжения, выдерживал бы общую деформацию 0,6 % без какого-либо растрескивания.

На примере системы Co — Cr — Al — Y можно показать, что пластичность конденсированных покрытий является функцией содержания алюминия. Уменьшение концентрации алюминия в покрытиях Co — Cr — Al — Y с 13 до 10 % снижает температуру хрупко-вязкого перехода на 400—500 °С [57]. По данным работы [58], покрытие Co — 15 % Cr — 10 % Al имеет температуру перехода, равную 200 °С.

Многокомпонентные покрытия на основе кобальта и никеля, кроме АТД-12 (Co — 27 % Cr — 12 % Al — 0,3 % Y), характеризуются более низкой температурой хрупко-вязкого перехода по сравнению с алюминидными покрытиями NiAl, CoAl, PtAl, увеличение пластичности которых наблюдается при температурах соответственно 820, 900 и 1000 °С. При одинаковом содержании алюминия повышение концентрации хрома в покрытиях на основе кобальта ограничивает их низкотемпературную пластичность. В связи с увеличением объемной доли охрупчивающей фазы σ -CoCr значение температуры хрупко-вязкого перехода покрытия Co — 27% Cr—11,5% Al — 0,2 % Y достигает 1000 °С. Исследования показали [59], что чем более высокую твердость имеет защитное покрытие, тем меньше величина деформации, которую оно выдерживает до разрушения. Уровень микротвердости определяет не только сопротивление зарождению трещины, но и влияет на скорость ее распространения. В твердых алюминидных покрытиях (NiAl — Pt, Pt — Cr — Al) образуются прямые и острые трещины, что является свидетельством хрупкого механизма разрушения. В конденсированных покрытиях с более низкой температурой хрупко-вязкого перехода и двухфазной структурой термоусталостная трещина имеет зигзагообразную форму [60].

Термическое расширение. Согласование теплофизических свойств покрытия с защищаемой подложкой прежде всего сводится к максимальному снижению средних значений ТКЛР конденсата (α_n) и защищаемого металла (α_m) для ограничения уровня остаточных напряжений в изделиях и покрытиях.

Деформация покрытия, обусловленная разностью ТКЛР подложки и покрытия, которая возникает при охлаждении от максимальной температуры, обычно является деформацией растяжения, поскольку всегда $\alpha_n > \alpha_m$. Величина деформации покрытия больше на сплавах эвтектического типа. С увеличением содержания алюминия в сплавах Ni—Cr происходит закономерное снижение ТКЛР, величина которого, как правило, остается выше соответствующих характеристик литейных жаропрочных сплавов. Значения ТКЛР испаряемых и

защищаемых сплавов совпадают, когда содержание алюминия в покрытиях достигает 20—25 %. Столь высокая концентрация алюминия соответствует составу диффузионных алюминидных покрытий.

По мере увеличения содержания кобальта в испаряемых сплавах значения ТКЛР возрастают в интервале температур 600—1100 °С.

В конденсатах с гетерогенной структурой ТКЛР изменяется примерно по правилу аддитивности в зависимости от объемного соотношения составляющих фаз и соответственно их ТКЛР [55]. Фазовый состав покрытий Co — Cr — Al — Y определяется соотношением хрома и алюминия в испаряемом сплаве. Увеличение содержания хрома и одновременное снижение концентрации алюминия в испаряемом слитке приводит к росту ТКЛР покрытий данного типа. Можно подобрать такое соотношение компонентов в покрытии, когда значение α_n будет по существу равняться α_m в температурном интервале эксплуатации. Такое покрытие обладает лучшим сопротивлением термическим ударам и при хорошей адгезии с подложкой способно выдержать значительные скалывающие напряжения [55].

Термическая усталость. Одним из видов разрушения, которому подвержены сопловые и рабочие лопатки вследствие резких теплосмен в процессе изменения режимов работы газовой турбины, является термическая усталость. Термостойкость характеризует свойства структуры покрытия и типа изделия, с которым сопряжено покрытие [24, 61].

Низкотемпературная пластичность конденсированных покрытий определяет их способность успешно релаксировать возникающие в поверхностных слоях лопаток упругие деформации (напряжения) при переменных режимах работы турбины. Сравнение усталостной прочности жаропрочных сплавов с диффузионными и конденсированными покрытиями в диапазоне 600—1037 °С показывает преимущество последних при высоких уровнях напряжений [62], что делает их перспективными в конструкциях теплонапряженных ГТД. При допустимом уровне деформаций любой вид покрытий снижает сопротивление

усталости образцов и лопаток с монокристаллической структурой при термомеханическом малоцикловом нагружении.

Подводя итоги, можно сказать, что защитные свойства покрытий зависят от химического состава, теплофизических и механических свойств, ТКЛР, модуля упругости, предела текучести подложки. Конденсированное покрытие, имеющее высокую термостойкость, не обязательно обладает достаточным сопротивлением сульфидно-оксидной коррозии. Для каждого типа сплава с учетом условий его эксплуатации (максимальной температуры газа, теплосмен, наличия или отсутствия в топливе) необходимо выбирать такой состав покрытия, который в наилучшей степени удовлетворял бы предъявляемым требованиям.

1.4.6 Применение теплоизоляционных керамических покрытий на ответственных деталях ГТД

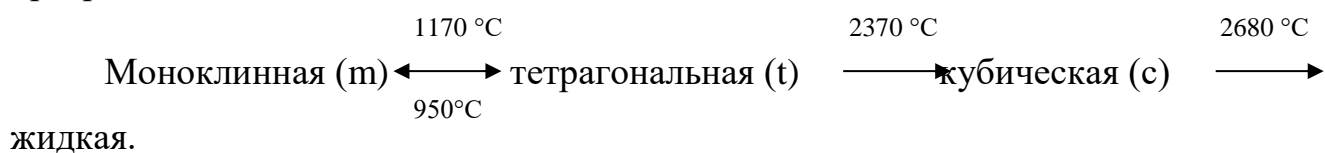
К керамическим материалам, применяемым в качестве теплоизоляционного слоя в теплозащитных покрытиях, предъявляются следующие требования:

- высокая температура плавления;
- отсутствие фазовых превращений вплоть до рабочих температур;
- высокая эрозионная стойкость;
- низкая теплопроводность;
- химическая инертность;
- соответствие коэффициентов теплового расширения с металлической подложкой;
- хорошая адгезия к металлической подложке;
- низкая скорость спекания пористой микроструктуры.

Как будет показано далее, ни один из материалов не отвечает полностью предъявляемым выше характеристикам. Рассмотрим используемые керамические материалы, используемые в качестве теплоизоляционных покрытий.

В настоящее время диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия ($ZrO_2 - Y_2O_3$), является наиболее применяемым теплоизоляционным материалом в теплозащитных покрытиях компонентов газотурбинных двигателей. Он обладает высокой твердостью, износостойкостью, низкой теплопроводностью, химической инертностью, высокой температурой плавления и высоким коэффициентом теплового расширения.

При высоких температурах чистый ZrO_2 претерпевает следующие фазовые превращения:



Чистый ZrO_2 при постоянном давлении полиморфен и имеет кубическую (c) структуру при температурах более $2370\text{ }^{\circ}\text{C}$, тетрагональную (t) при температурах $1200\text{ }^{\circ}\text{C} - 2370\text{ }^{\circ}\text{C}$ и моноклинную (m) структуру при температурах менее $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. Превращение $t \leftrightarrow m$ в чистом ZrO_2 происходит при охлаждении до $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ и при нагреве до $1170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Переход из моноклинной в тетрагональную фазу происходит по мартенситному типу и сопровождается уменьшением объема до 9%. При охлаждении происходит обратный переход с увеличением объема и снижением плотности, что приводит к растрескиванию керамики.

Добавка оксидов редкоземельных элементов позволяет стабилизировать неустойчивую тетрагональную фазу при комнатной температуре. Смысл стабилизации заключается в том, чтобы создать в решетке диоксида циркония устойчивые связи, не разрушающиеся при изменении температур вплоть до плавления. Стабилизация достигается перестройкой тетрагональной решетки в кубическую, устойчивую при всех температурах. Перестройка сопровождается образованием твердых растворов замещения некоторых оксидов-стабилизаторов ZrO_2 . Наиболее оптимальным стабилизатором является оксид иттрия Y_2O_3 . Ионный радиус Y по значению близок к ионному радиусу Zr ($0,087\text{ нм}$) и составляет $0,106\text{ нм}$.

Первоначально стабилизаторы содержали от 12 до 20 % Y_2O_3 , который добавлялся для полной стабилизации кубической фазы (Рисунок 1.14). Однако термоциклические испытания показали, что наиболее оптимальным является значение стабилизатора Y_2O_3 от 6 до 8 % (8YSZ).

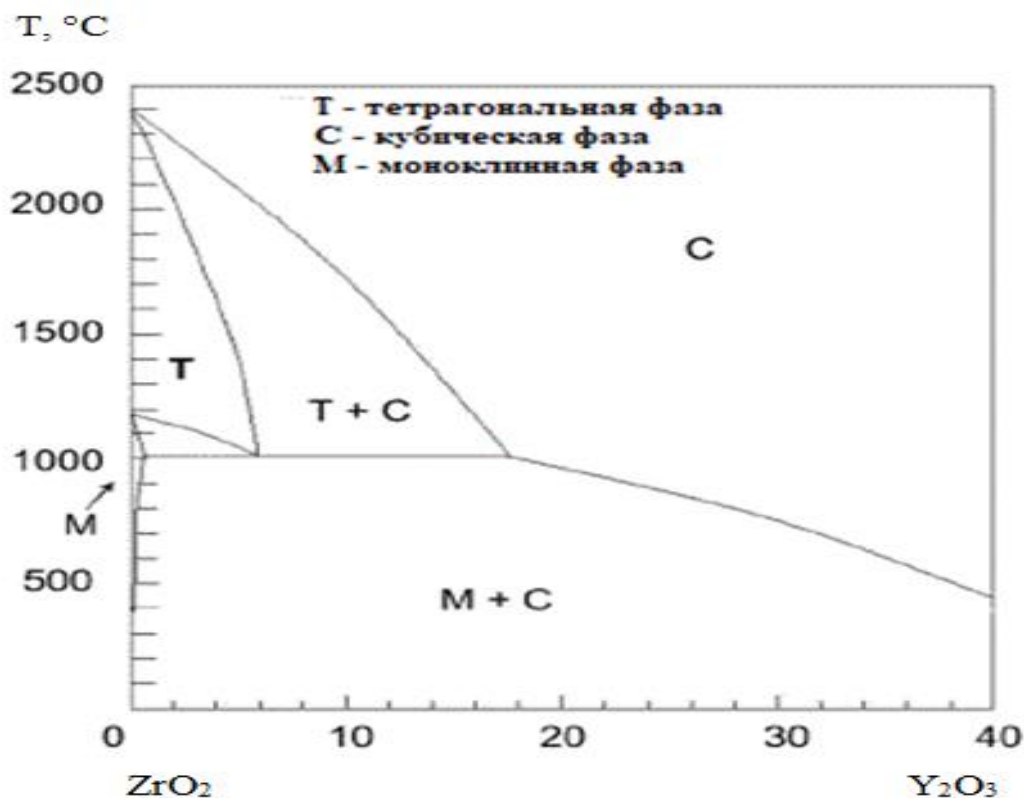
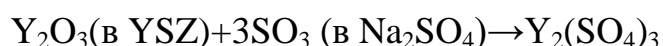


Рисунок 1.14 – Диаграмма состояния $ZrO_2 - Y_2O_3$

Несмотря на вышеперечисленные достоинства, следует отметить ряд недостатков 8YSZ:

1. Ограниченная рабочая температура ($<1200^\circ C$) при длительной эксплуатации. Ввиду частичной стабилизации диоксида циркония, при высоких температурах происходят фазовые превращения из метастабильной тетрагональной фазы (t') в тетрагональную и кубическую ($t+c$) и затем в моноклинную (m), приводя к образованию трещин в покрытии [63].

2. Чувствительность к составу топлива двигателей. Хорошая коррозионная стойкость 8YSZ достигается при условии чистого топлива, но при наличии в топливе таких элементов, как S, Na и V коррозионная стойкость значительно снижается. Соли ванадия и натрия взаимодействуют с Y_2O_3 , приводя к дестабилизации ZrO_2 :



3. Примесь SiO_2 (даже в количестве 1%) 8YSZ оказывают сильное негативное влияние на количество термоциклов [64]. В объеме керамики на основе ZrO_2SiO_2 сегрегирует по границам зерен. SiO_2 на границах зерен приводит к изменению размера и формы зерен и может растворять Y_2O_3 из границ зерен 8YSZ, приводя к очаговому разрушению. Кроме того, SiO_2 способствует повышению пластичности кристаллов ZrO_2 , значительно повышая скорость спекания.

4. Керамические материалы на основе ZrO_2 обладают высокой концентрацией кислородных ионных вакансий [65], что при высоких температурах способствует переносу кислорода и окислению металлического слоя. Образование окалина приводит к отслоению керамического слоя.

Свойства других керамических материалов, используемых в качестве теплоизоляционного слоя в теплозащитных покрытиях, а также их достоинства и недостатки, приведены в Таблице 1.4.

Таблица 1.4 – Сравнение керамических материалов, применяемых в теплозащитных покрытиях

Материал	Достоинства	Недостатки
7-8 YSZ	Высокий коэффициент теплового расширения	Спекание при 1473 К Фазовые превращения

Продолжение таблицы 1.4:

	Низкая теплопроводность Высокая стойкость к термоудару	Коррозия Кислородная проводимость
Муллит ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)	Высокая коррозионная стойкость Низкая теплопроводность Хорошая стойкость к термоудару при температурах ниже 1273 К Не кислородопроводный	Кристаллизация (1023-1273 К) Низкий коэффициент теплового расширения
Y_2O_3	Высокая коррозионная стойкость Высокая твердость Не кислородопроводный	Фазовые превращения (1273 К) Высокая теплопроводность Низкий коэффициент теплового расширения
$\text{YSZ} + \text{CeO}_2$	Высокий коэффициент теплового расширения Низкая теплопроводность Высокая коррозионная стойкость Меньше фазовых превращений между <i>m</i> - и <i>t</i> -фазами, чем в YSZ	Повышенная скорость спекания Осаждение CeO_2 (>1373 К)
$\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$	Очень высокая тепловая стабильность Низкая теплопроводность Низкая скорость спекания Не кислородопроводный	Относительно низкий коэффициент теплового расширения
$\text{La}_2\text{Ce}_2\text{O}_7$	Высокая тепловая стабильность Высокий коэффициент теплового расширения	Потери CeO_2 при нанесении Относительно высокая

Окончание таблицы 1.4:

	Низкая теплопроводность Высокая коррозионная стойкость	скорость спекания (>1523 К)
Силикаты	Дешевый, легкодоступный Высокая коррозионная стойкость	Разложение на ZrO_2 и SiO_2 при нанесении Очень низкий коэффициент теплового расширения
$SrZrO_3$	Высокий коэффициент теплового расширения Низкая теплопроводность Низкая скорость спекания	Фазовые превращения Потери SrO при нанесении

1.4.7 Физические процессы электронно-лучевого испарения

Наиболее совершенным способом нагрева для получения теплозащитных покрытий осаждением материалов в вакууме следует считать нагрев путем электронной бомбардировки. Сущность электронно-лучевого нагрева заключается в том, что электрон после прохождения через электрическое поле с разностью потенциалов U ускоряется и приобретает кинетическую энергию:

$$E_k = \frac{1}{2} m_0 v_0^2 = eU,$$

где m_0 , v_0 и e - соответственно масса, скорость и заряд электрона. Первоначально покоившийся электрон, пройдя через поле с разностью потенциалов 1 В имеет скорость 95 км/с. После столкновения летящего электрона с поверхностью материала его кинетическая энергия расходуется на возбуждение рентгеновского излучения, образование вторичных электронов и нагрев. Потеря

энергии на рентгеновское излучение составляет около 0,1 % от общей мощности электронного потока (пучка).

Вторичные электроны образуются при бомбардировке поверхности первичными электронами вследствие ионизации атомов материала, а также упругого отражения первичных электронов. Энергии вторичных электронов вследствие ионизации облучаемых металлических материалов при ускоряющих напряжениях 10—25 кВ составляет несколько электрон-вольт, поэтому энергетические потери, связанные с этими электронами, незначительны. Более существенные потери связаны с отраженными электронами [66]. Эмпирическим путем установлено, что средняя относительная энергия отраженных электронов $E_{отр}$ пропорциональна атомному номеру нагреваемого металла Z . Энергия отраженных электронов расходуется на нагрев стенок вакуумной камеры, поверхности покрываемой детали, вспомогательной оснастки и т. д.

Основная доля кинетической энергии электронов превращается в тепловую в тонком поверхностном слое. При ускоряющем напряжении 15—20 кВ электроны проникают в металлические материалы на глубину до 2 мкм [67]. Проникая на указанную глубину, электрон теряет свою энергию неравномерно. Температура достигает максимума на некотором расстоянии от нагреваемой поверхности. Таким образом, при нагреве электронным лучом источник тепла находится в самом теле, в тонком поверхностном слое. Указанная особенность в сочетании с рассмотренной выше полнотой превращения кинетической энергии электронов в тепловую характеризует электронный луч как весьма эффективный источник нагрева [68].

Ускоренный поток электронов получают с помощью специальных генераторов — электронно-лучевых пушек. Электронно-лучевая пушка генерирует ускоренный поток электронов, который с помощью отклоняющей системы направляется на испаряемый материал. Испаряемый материал имеет вид цилиндрической заготовки диаметром 50—100 мм, верхняя часть которой находится в медном водоохлаждающем тигле. Расплавленный и перегретый электронным

лучом материал образует жидкую ванну, с поверхности которой осуществляется интенсивное испарение. Некоторые материалы испаряются без образования жидкой ванны — путем сублимации, например хром, цинк, углерод. По мере испарения заготовка поднимается в вертикальном направлении со скоростью, обеспечивающей постоянный объем жидкой ванны и уровень поверхности испарения.

Внутреннее охлаждение проточной водой медных тиглей предотвращает взаимодействие с жидкой ванной даже в случае испарения тугоплавких металлов и их соединений, поэтому подобные испарительные устройства отличаются большой долговечностью и универсальностью.

Паровой поток конденсируется на подложке, предварительно нагретой до определенной температуры, с целью получения заданной структуры покрытия и удовлетворительного сцепления покрытия с подложкой. Пушка и камера испарения разделены узкой диафрагмой для прохождения электронного луча и имеют независимые вакуумные системы. Дифференциальная откачка позволяет поддерживать более низкое давление остаточных газов в объеме электронно-лучевой пушки, необходимое для ее устойчивой работы (порядка $1,3 \cdot 10^{-2} - 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па) по сравнению с давлением в камере испарения ($1,3 \cdot 10^{-1} - 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па). Интенсивное испарение при электронно-лучевом нагреве позволяет получить высокую плотность парового потока, затрудняющую проникновение атомов остаточных газов в его внутренние объемы. В результате даже при испарении химически активных металлов и сплавов на их основе, например титана или хрома, содержание кислорода и азота в конденсатах не повышается с повышением их содержания в исходном материале. При прямом электронно-лучевом испарении паровой поток практически полностью состоит из нейтральных атомов: степень ионизации не превышает 0,05—0,1 %.

1.4.8 Основные этапы технологического процесса электронно-лучевого нанесения теплозащитных покрытий

Рассмотрим операции, входящие в технологический процесс нанесения теплоизоляционного слоя на рабочую лопатку турбины:

1. Предварительная очистка поверхности. Загрязнения поверхности лопатки перед нанесением покрытия категорически недопустимы. Любая посторонняя частица служит концентратором напряжений в покрытии, и в условиях испытаний или в процессе работы разрушение покрытия начинается с тех участков поверхности лопатки, где находится такого рода включение. С целью исключения подобных негативных факторов применяется пескоструйная обработка поверхности лопатки. Обдувка поверхности производится электрокорундом 25А F30. Требования к данному материалу представлены в [69]. Перед операцией пескоструйной обработки необходимо проверить сжатый воздух в установке на отсутствие в нем влаги и масла. Для этого напротив сопла на расстоянии 150-200 мм устанавливается фильтровальная бумага и включается воздух на 30-40 с. На фильтровальной бумаге не должно быть загрязнений и пятен. В процессе очистки должны соблюдаться следующие условия:

- обеспечить защиту резиновой прокладкой поверхности замка лопаток от попадания электрокорунда;
- расстояние сопла от очищаемой поверхности должно быть 100-150 мм;
- давление воздуха должно составлять $2,5 \pm 20$ % атм.;
- очистку поверхности лопаток производить до появления однородной матовой поверхности;
- очистку производить, плавно перемещая сопло, не задерживая на одном месте, изменение направления движения производить за пределами детали на расстоянии не менее 50 мм.

После очистки лопатки необходимо продуть сухим сжатым воздухом от сети высокого давления. Внутренняя полость лопатки продувается через щель на

подошве замка. Наличие пятен и засветлений на обработанной поверхности, наличие электрокорунда в перфорационных отверстиях и выходной щели не допускается.

2. Промывка водой. Для удаления остатков электрокорунда после пескоструйной обработки поверхности лопатки необходимо промыть дистиллированной водой. Промывка осуществляется в ультразвуковой ванне. После промывки лопатки продуваются сухим сжатым воздухом с целью удаления влаги. Профильную часть лопаток категорически запрещается.

3. Сушка. Для окончательного удаления влаги лопатки сушатся в камерной печи с последующим охлаждением до температуры окружающей среды.

4. Контроль массы. С целью определения привеса в процессе нанесения покрытия, лопатки необходимо предварительно взвесить с точностью до 0,01 г.

5. Вакуумное напыление. Лопатки устанавливаются в специальную оснастку, которая в последующем будет введена в рабочую камеру электронно-лучевой установки. Оснастка должна быть изготовлена из жаростойких немагнитных сплавов. Для удаления загрязнений оснастку с установленными лопатками следует продуть сжатым воздухом. После продувки оснастка помещается в форкамеру установки, где производится откачка воздуха до достижения вакуума не менее $4 \cdot 10^{-3}$ мм. рт. ст. После выравнивания значения вакуума включаются пушки и плавным поднятием токов лучей выводятся на режим плавления материала в тиглях. Выдержка на таком режиме длится 5-10 минут, после чего выставляется минимальный ток нагрева изделий. Для равномерного нанесения покрытий скорость вращения штока, на котором располагается оснастка с лопатками, составляет 10-12 оборотов в минуту. Нагрев изделий осуществляется до температуры 900-950 °С. По достижении значений температуры нагрева поднимается значение тока в пушке, отвечающей за плавление материала в тигле, открываются тигельные заслонки и происходит испарение керамического слитка, тем самым формируя покрытие. В процессе нанесения покрытия по истечению 1 минуты ток в пушке, отвечающей за нагрев

изделий, снижается на 50 %. После окончания процесса нанесения покрытия выключается высокое напряжение и потенциометры тока луча выводятся в ноль. Процесс нанесения считается завершенным по достижении заданных значений весового датчика. Включается вращение штока в обратном направлении со скоростью 10-12 оборотов в минуту. После нанесения покрытий лопатки выдерживаются в форкамере не менее 100 минут, после чего происходит напуск воздуха в форкамеру. После остывания лопатки и оснастка извлекаются, происходит демонтаж лопаток с их последующим взвешиванием. Привес каждой лопатки определяется как разница веса до и после нанесения покрытия.

6. Визуальный контроль. На лопатках не допускаются трещины, сколы, вспучивания и отслоение покрытия. Цвет лопаток с керамическим покрытием варьируется от светло-серого до черного, допускается разнотонность на пере лопатки.

7. Термообработка. Для обеспечения хорошей адгезионной прочности керамического покрытия проводится операция диффузионного отжига. Температура выдержки составляет 1040 ± 20 °С, время выдержки - 1 час. По прошествии времени выдержки печь отключается, и лопатки выгружаются из рабочей камеры печи при температуре не более 150 °С. Затем лопатки охлаждаются на воздухе до температуры окружающей среды.

8. Контроль качества нанесения покрытий. Включает в себя визуальный контроль и металлографическое исследование. Металлографическое исследование подразумевает под собой определение химического состава покрытия, толщины слоя и структуры покрытия.

1.4.9 Основные требования, предъявляемые к теплозащитным покрытиям

Наносимые на лопатки турбин ГТД теплозащитные покрытия должны обеспечить защиту поверхности лопаток от разрушения в течение заданного для

турбины ресурса. Для этого система теплозащитного покрытия должна удовлетворять следующим требованиям:

- способность противостоять высокотемпературному окислению и взаимодействию с составляющими окислительной атмосферы в рабочем интервале температур;
- сопротивление солевой коррозии (применимо к ГТД морского назначения);
- стойкость к воздействию продуктов сгорания топлива (ванадиевая коррозия, сульфидная коррозия, и т.п.);
- сопротивление разрушению под действием статических и знакопеременных нагрузок при эксплуатации изделия;
- стойкость к воздействию абразивных частиц окислителя и струи и посторонних частиц в процессе работы изделия;
- способность противостоять кавитационному воздействию струи рабочего газа (энергетические, газоперекачивающие ГТД);
- стойкость к образованию хрупких интерметаллидных фаз в процессе взаимодействия материала лопатки и металлического подслоя в длительной высокотемпературной выдержки;
- хорошее сцепление между материалом лопатки и жаростойким металлическим слоем;
- покрытия не должны ухудшать основные механические свойства материала лопаток – жаропрочность, сопротивление термической усталости и выносливость и др. вследствие диффузионного проникновения элементов вглубь изделия;
- низкая теплопроводность внешнего керамического слоя;
- минимальное различие коэффициентов линейного расширения между материалом лопатки, жаростойким металлическим слоем и внешним керамическим слоем;
- ремонтпригодность покрытия;

– экономическая оправданность применения различных технологий нанесения теплозащитных покрытий.

1.5 Краткие выводы к 1-й главе

Анализ литературных источников показал, что в производстве в настоящее время существует и активно используется несколько технологий нанесения покрытий, однако при их реализации выявляется множество проблем, связанных с обеспечением размерной точности и прогнозирования свойств защитных покрытий. На сегодняшний день накоплен огромный пласт теоретических и практических данных о формировании, структуре и эксплуатационных свойствах жаропрочных металлических слоев для ответственных деталей газотурбинных двигателей. Наряду с многочисленными исследованиями, связанными с нанесением, структурой и свойствами жаростойких ионно-плазменных покрытий, наблюдается недостаток в развитии теоретической и практической составляющих процесса электронно-лучевого процесса нанесения покрытий. Более того, как показывает практика, разрушение системы теплозащитного покрытия происходит по границе жаростойкого и теплоизоляционного слоёв. Таким образом, для повышения эксплуатационных характеристик и увеличения срока службы покрытий и двигателей в целом, необходимо решать проблему разрушения металлического и керамического слоёв как единое целое.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Исследуемые материалы, их структура и свойства

2.1.1 Защищаемые сплавы

Исследование влияние режимов подготовки поверхности подложки перед нанесением покрытия на микроструктуру подложки исследовалось на сплаве ЖС32-ВИ, состав и свойства которого приведены в Таблицах 2.1 и 2.2.

Покрытия наносили на отливки, изготавливаемые методом литья по выплавляемым моделям из сплавов ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ, свойства которых также приведены в Таблицах 2.1 и 2.2.

Таблица 2.1 – Химический состав сплавов ЖС32-ВИ [70] и ЧС88У-ВИ [71]

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)														
	Ni	Cr	Co	W	Al	Ti	Re	Ta	Nb	Hf	C	Mo	B	Ce	Zr
ЖС32-ВИ	Основа	4,9	9,0	8,5	5,9	-	4,0	4,0	1,6	-	0,15	1,0	0,02	0,025	-
ЧС88У-ВИ	Основа	15,4	10,0	4,7	2,8	4,2	-	-	0,1	0,2	0,04	1,6	0,06	0,015	0,05
		16,3	11,5	5,9	3,3	5,0	-	-	0,3	0,4	0,09	2,3	0,1	-	-
СЛЖС5-ВИ	Основа	11,7	14,4	2,3	2,6	3,2	3,8	3,2	-	-	<0,0	0,8	-	0,02	-
		12,7	15,5	2,9	3,2	3,8	4,4	3,8	-	-	-	1,3	-	-	-

Таблица 2.2 – Механические свойства сплавов ЖС32-ВИ [72], ЧС88У-ВИ [71] и СЛЖС5-ВИ

Сплав	Макроструктура	Механические свойства при 20°C		
		σ_B , кгс/мм ²	δ , %	Ψ , %
ЖС32-ВИ	Монокристаллическая	112,6	6,4	8,2

Окончание таблицы 2.2:

ЧС88У-ВИ	Поликристаллическая	111	6,0	10
СЛЖС5-ВИ	Монокристаллическая	124,5	7,2	14,7

2.1.2 Теплозащитные покрытия

В качестве материала жаростойкого металлического подслоя использовался СДП-1 следующего состава: Ni - основа, 18...22 % Co, 18...22 % Cr, 11...13 % Al, 0,2...0,6 % Y. В качестве теплоизоляционного керамического слоя использовался 8YSZ следующего состава: ZrO₂ - основа, Y₂O₃ - 6...8 %. Для дополнительного микрослоя был использован материал на основе Ni – Al

Исследование влияния параметров процесса нанесения на микроструктуру керамических покрытий проводились на керамических материалах систем 8YSZ.

2.2 Методика проведения высокотемпературных испытаний

2.2.1 Используемое оборудование

Для проведения высокотемпературных испытаний была использована высокотемпературная муфельная печь. Основные технические характеристики печи:

- размеры рабочей камеры печей: 160×250×120 мм (4,8 литров);
- максимальная температура нагрева 1600°C;
- скорость нагрева: до 1300 °C за 30 минут;
- скорость охлаждения при закрытой камере: с 1600°C до 600°C за 90 минут.

Муфельная печь содержит три измерительных канала: канал измерений температуры внутренним программируемым контроллером-регулятором и два канала измерений температуры внешним измерителем.

Конструкция печи представляет собой муфель с открытыми дисилицидмолибденовыми нагревателями по двум сторонам муфеля, на торце муфеля расположены отверстия для вывода и подвода газа. На передней панели расположены органы управления и дисплей контроллера-регулятора (Рисунок 2.1).

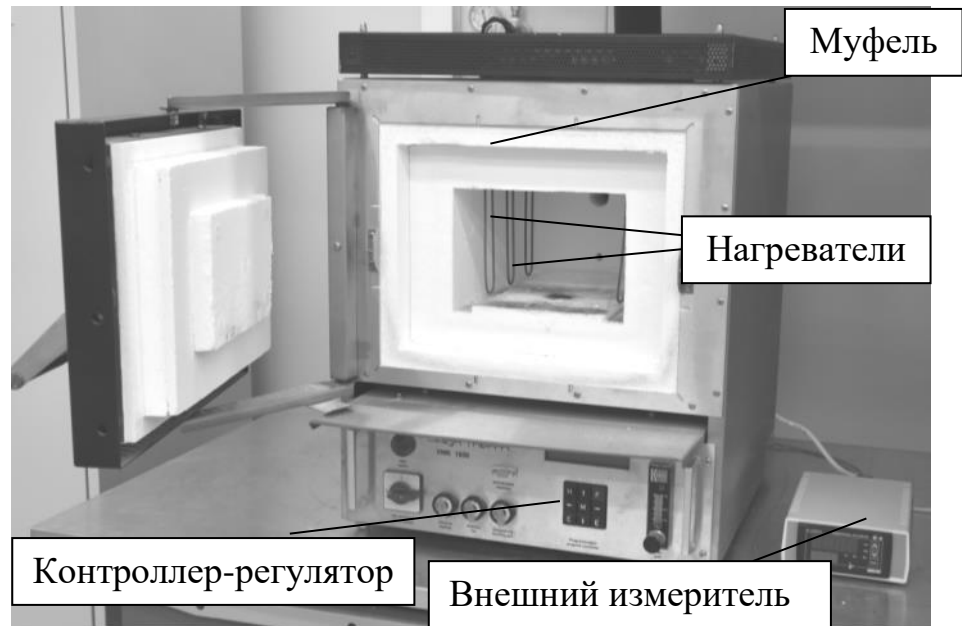


Рисунок 2.1 – Общий вид муфельной печи

2.2.2 Методика проведения изотермических испытаний

Подложка

Для определения влияния пескоструйной обработки на структуру поверхностного слоя материала детали были проведены изотермические испытания в лабораторной атмосферной печи с температурой нагрева 1000°C, 1100°C и 1200°C. Время выдержки при данных температурах составляло 1 ч, 12 ч и 24 ч. Охлаждение происходило вместе с печью.

Покрyтия, нанесенные электронно-лучевым методом

Покрyтия, нанесенные по технологии «циклической работы пушек», были испытаны при температурах 1100°C, 1150°C и 1200°C с выдержкой 23 ч. Охлаждение происходило вместе с печью.

2.2.3 Методика проведения термоциклических испытаний

Покрyтия, нанесенные электронно-лучевым методом

Покрyтия, нанесенные методом «циклической работы пушек», были испытаны по следующему режиму:

нагрев до 1200 °С → выдержка при 1200 °С в течение 1 часа → охлаждение с 1200 °С до 18 °С в течение 50 минут.

Испытания были прекращены после 30 циклов.

Покрyтия, нанесенные с промежуточным слоем алюминия, были испытаны по следующему режиму: нагрев до 950°C, 1100°C и 1200°C, выдержка 1 час, охлаждение на воздухе до температуры менее 400°C.

Покрyтия с дополнительным слоем NiAl, были испытаны по ускоренному режиму: нагрев до 1100°C, выдержка 5...7 минут, охлаждение на воздухе до температуры менее 400°C.

Покрyтия, нанесенные ионно-плазменным методом

Покрyтия с ионно-плазменным металлическим слоем были испытаны по режиму: нагрев до 1100°C, выдержка 1 час, охлаждение на воздухе до температуры менее 400°C.

2.3 Оценка сопротивляемости высокотемпературной солевой коррозии

Покрyтия с дополнительным слоем NiAl были испытаны по следующей методике:

а) образцы взвешивались на аналитических весах с точностью до 0,001 г;

б) на образцы наносили смесь солей в количестве 5-6 мг/см² путём их погружения и выдержки в водном растворе, состоящем из 40±1 г смеси 10% NaCl + 90% Na₂SO₄ и 100 мл дистиллированной воды, и последующей сушки в сушильном шкафу;

в) подготовленные образцы размещали в муфеле, далее муфель погружался в рабочую камеру печи и выдерживался в течение 5 часов при температуре 950±10 °С;

г) после температурного воздействия, поверхности образцов чистили от слабо сцепленных продуктов коррозии волосяной щеткой, с последующим взвешиванием на аналитических весах с точностью до 0,001 г;

д) образцы один раз кипятили в дистиллированной воде и повторяли пункты а – г.

Температура выдержки равная 950±10 °С, а также факт, что в температурном диапазоне от 650 до 950 °С наблюдается интенсивное окисление сплавов и воздействие солевой смеси на их поверхности, приближают условия испытаний к реальным условиям эксплуатации сплавов, под воздействием морской коррозии.

2.4 Исследование адгезионных свойств систем покрытий

Для исследования адгезионных свойств покрытия с дополнительным слоем NiAl, был применен метод склерометрии - формирование царапин на поверхности материала или системы покрытия с последующим сканированием и анализом изображений полученных отпечатков.

Образцы исследовались в следующей последовательности:

а) в программном обеспечении прибора (Рисунок 2.2) устанавливали следующие параметры испытаний:

1) схема приложения нагрузки – прогрессивная (линейно возрастающая от минимального до максимального значения);

- 2) начальная минимальная нагрузка 1 Н;
 - 3) конечная минимальная нагрузка 200 Н;
 - 4) чувствительность датчика акустической эмиссии от 1 до 3 условных единиц;
 - 5) длина царапины 10 мм;
 - 6) скорость нагружения 50 Н/мин.;
- б) образец размещался под индентор типа «Роквелл С» (алмазный конус с углом при вершине 120° и радиусом скругления вершины 200 мкм) и проводился процесс нанесения царапины;
- в) при царапании в виде графиков регистрировали следующие данные:
- 1) изменение коэффициента трения μ ;
 - 2) изменение глубины проникновения P_d ;
 - 3) изменение сигнала акустической эмиссии;
- г) анализируя графики и изображение царапины, определялась критическая нагрузка разрушения покрытия L_c и глубина проникновения индентора в покрытие P_{dc} , при критической нагрузке;
- д) пункты а – г повторялись для всех образцов.



Рисунок 2.2 – Вид макро скретч тестера RevetestXpressPlus

2.5 Методика проведения металлографических исследований микроструктуры

2.5.1 Пробоподготовка

Изготовление и подготовка металлографических шлифов включала в себя следующие операции:

1. Вырезка образца - ручной отрезной станок.
2. Закрепление образца - автоматический пресс и использованием токопроводящей фенольной формовочной смолы.
3. Шлифовка и полировка - шлифовально-полировальный станок с использованием шлифовальных/полировальных кругов и полировочных суспензий.
5. Травление (выявление микроструктуры) - химическое травление погружением образцов в реактив Васильева и электролитическое травление в 12 %-ом растворе соляной кислоты.

2.5.2 Исследование микроструктуры и химического состава покрытий

Микроструктура и химический состав покрытий изучались при помощи растрового электронного микроскопа, оснащенного энергодисперсионной приставкой. Для получения изображений подготовленные соответствующим образом шлифы помещаются в вакуумную камеру электронного микроскопа, где происходит откачка воздуха. В колонне электронного микроскопа генерируется электронный пучок (источником эмитируемых электронов выступает вольфрамовый катод). При воздействии электронного пучка на поверхность исследуемого образца происходят следующие явления:

- отражение эмитируемых электронов от поверхности упругим рассеянием;
- испускание исследуемым материалом вторичных электронов;

- катодолюминесценция;
- рентгеновское излучение.

Как известно, каждый элемент периодической таблицы Менделеева имеет свое уникальное значение энергии активации. В зависимости от атомного номера элемента изменяется интенсивность обратноотраженных электронов, энергия вторичных электронов и характеристическое рентгеновское излучение. Обратноотраженные и вторичные электроны улавливаются специальными детекторами, при этом формируется изображение исследуемой поверхности. Величина рентгеновского излучения фиксируется детектором энергодисперсионного спектрометра, что позволяет судить об элементном составе исследуемого материала.

2.6 Статистическая обработка полученных данных

Основная часть необходимых расчетов была выполнена с помощью специализированного пакета STATISTICA.

ГЛАВА 3. ДЕФЕКТЫ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ ПО СЕРИЙНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННО- ЛУЧЕВЫМ ОСАЖДЕНИЕМ В ВАКУУМЕ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

3.1 Классификация и причины появления дефектов

Нанесение теплозащитных покрытий электронно-лучевым осаждением в вакууме на охлаждаемые лопатки турбины – сложный процесс, зависящий от целого ряда параметров. На качество покрытий влияет материал и состояние подложки, параметры работы электронных пушек нагрева и подогрева, состояние вакуумной системы, тип оснастки. Зачастую в погоне за производительностью в условиях серийного производства могут корректироваться некоторые технологические параметры, что в конечном счете приводит к серьезным дефектам продукции. Рассмотрим наиболее встречающиеся из них.

Разнотолщинность

При нанесении покрытий на защищаемые детали немаловажную роль играет равномерность распределения толщины покрытия на поверхности детали. Неравномерное распределение толщины теплоизоляционного покрытия на рабочих лопатках турбины, работающих в достаточно жестких условиях (высокотемпературное воздействие, эрозионное воздействие, центробежные нагрузки, а в случае морских ГТД – и воздействие коррозионной атмосферы) приводит к неравномерному распределению температурных полей на поверхности, а следовательно, и термических напряжений. По этой причине существуют довольно жесткие ограничения по толщине покрытий при разработке конструкций лопаток. Среди всего производственного брака, связанного с нанесением керамических покрытий методом электронно-лучевого осаждения в вакууме, около 80 % - неравномерность толщины и, как следствие, - несоответствие требований нормативной документации.

Равномерность толщины покрытия в установках обеспечивается за счет перемещения лопаток в оснастке внутри рабочей камеры. Так, в установке для электронно-лучевой установки для нанесения покрытий УЭН-500 (ОАО «Электромеханика», г. Ржев) предусмотрена планетарная система вращения лопаток в оснастке. В установке для нанесения покрытий ALD (Германия) оснастка с лопатками представляет собой «рукав», на котором перпендикулярно его оси установлены лопатки с возможностью вращения вокруг собственной оси.

В электронно-лучевой установке, на которой были нанесены системы покрытий в данной работе, планетарной системы вращения лопаток не предусмотрено. Оснастка представляет собой металлический диск, на который с помощью контактной сварки фиксируют лопатки в количестве 12 штук. Оснастка закрепляется на штоке, который в процессе нанесения покрытий вращается со скоростью 12 оборотов в минуту.

В таком режиме нанесения происходит упомянутый эффект «затенения», в результате которого возникает неоднородность толщины покрытия в пределах рассматриваемого участка лопатки. Проанализировав распределение толщины керамического покрытия на лопатках турбины разных конструкций было установлено, что при полной загрузке оснастки (12 лопаток за один технологический цикл нанесения) и ориентации лопаток спинкой к потоку испаряемого вещества наблюдалось различие по толщине керамического покрытия на спинке и корыте схемой «крест-накрест» (Рисунок 3.1). Толщины на противоположащих поверхностях (например, спинка со стороны входной кромки и корыто со стороны выходной кромки) практически идентичны.

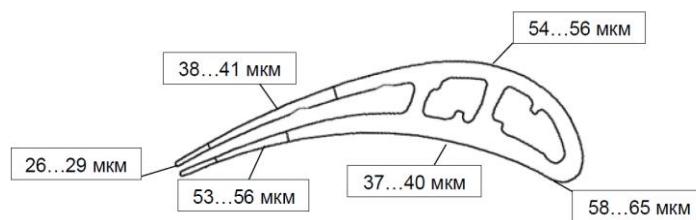


Рисунок 3.1 – Разнотолщинность керамического покрытия на лопатке

Следствием этой проблемы является тот факт, что при разнотолщинности становится проблематично оценить ориентировочную толщину покрытия в процессе его нанесения. Дело в том, что в установке оценка толщины покрытия производится косвенным методом, и именно по показаниям весового датчика. Весовой датчик представляет собой устройство, расположенное в вакуумной камере, на рабочей поверхности которого осаждается слой испаряемого вещества. Значению весового датчика соответствует разность масс на лопатке до и после процесса нанесения покрытия. Проверить толщину покрытия для определенного значения весового датчика можно только металлографическим, т.е. разрушающим, контролем. При равномерном распределении толщины покрытия на лопатке показания толщин на входной кромке, спинке и корыте будут отличаться незначительно. В условиях неравномерности значения толщин отличаются не только между покрываемыми зонами (входная кромка, спинка, корыто), но и в рамках отдельных зон. В конструкторской документации обычно указывается требуемая толщина на тракторной поверхности лопатки. Так, при норме толщины покрытия по чертежу 56...84 мкм практически невозможно добиться толщины на спинке и корыте в пределах допуска. Наиболее нагруженным участком лопатки в тепловом отношении является входная кромка, соответственно, максимальная толщина покрытия обеспечивается именно на ней. При нижнем и среднем значении толщины покрытия по упомянутым ранее допускам на входной кромке будет наблюдаться недостаточная толщина покрытия на спинке и корыте. В другом случае, если ориентироваться на требуемые значения толщин на спинке и корыте, существует высокий шанс превышения толщины покрытия на входной кромке. При этом ремонт керамического покрытия, включающий в себя удаление покрытия пескоструйным методом, подготовку поверхности и повторное нанесение покрытия, по конструкторско-технологической документации допускается 3 раза, а для металлического – только 1 раз. При ремонте керамического покрытия, а конкретно при пескоструйной обработке поверхности, существует риск удаления

и металлического покрытия вместе с керамическим, а это влечёт за собой риск несоответствия по толщине и металлического покрытия.

Выплески керамического покрытия на поверхности лопатки

Выплески – второй по распространенности дефект после разнотолщинности. Как и разнотолщинность, количество выплесков регламентируется конструкторско-технологической документацией.

Выплески представляют собой капли испаряемого вещества на поверхности лопатки, обычно размером 0,1...0,3 мм (Рисунок 3.2). Существует две основные причины возникновения выплесков:

1. нестабильность работы электронных пушек, отвечающих за нагрев керамических штабиков;

2. наличие пустот в керамическом штабике. При нагреве электронным лучом испаряемого слитка образуется «зеркало расплава», т.е. участок расплавленного материала, с поверхности которого происходит испарение. При приближении зеркала расплава к пустоте (в пустотах присутствует воздух, который не удалить из штабика) внутри слитка происходит резкое изменение объема, сопровождающееся нарушением целостности зеркала расплава и всплеском расплавленного материала.



Рисунок 3.2 – Выплески материала покрытия на поверхности лопатки

Определяющую роль для качества покрытия играет момент времени образования выплесков. Если выплески сформировались в конце процесса напыления, то они не нарушают целостности микроструктуры керамического покрытия. По сути, их можно рассматривать как локальные утолщения покрытия. Однако если выплески были сформированы в начале процесса нанесения, их микроструктура отличается от остального покрытия и адгезионная связь с подложкой практически отсутствует. Такого рода выплески легко удаляются щеткой с грубым ворсом, обнажая защищаемую поверхность лопатки (Рисунок 3.3).

Выплески имеют куполообразную форму, причем зона контакта выплеска и подложки имеет минимальную площадь (Рисунок 3.4). В микроструктуре наблюдается образование кристаллов второго порядка, причем максимальный угол разориентировки между кристаллами первого и второго порядков достигает 90° . При таких особенностях морфологии выплеск будет иметь минимальную адгезионную прочность с подложкой, что подтверждается в условиях производства.

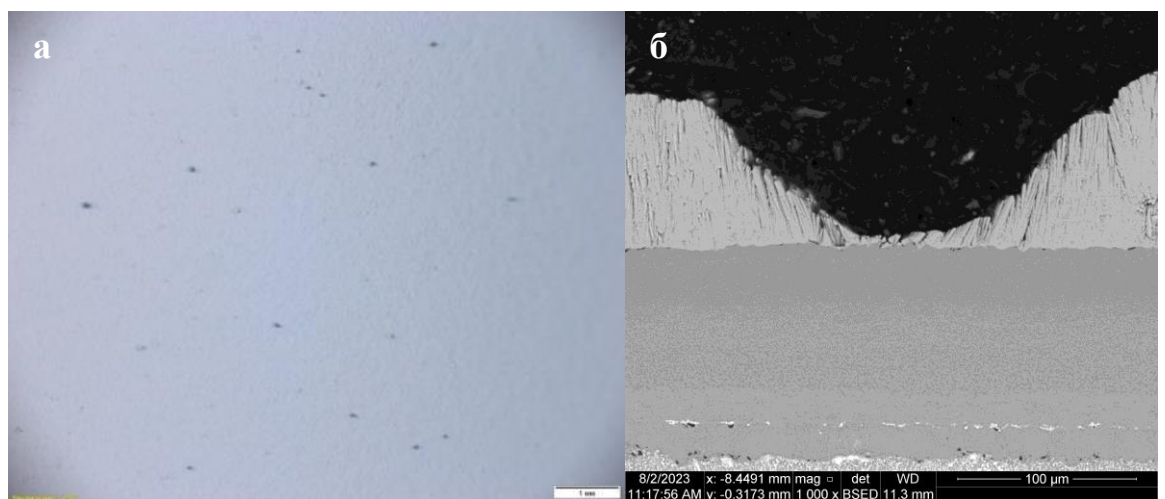


Рисунок 3.3 – Выкрашивания выплесков на поверхности лопатки:
а – внешний вид поверхности ($\times 25$), б – сечение микрошлифа
по выкрашиванию ($\times 1000$)

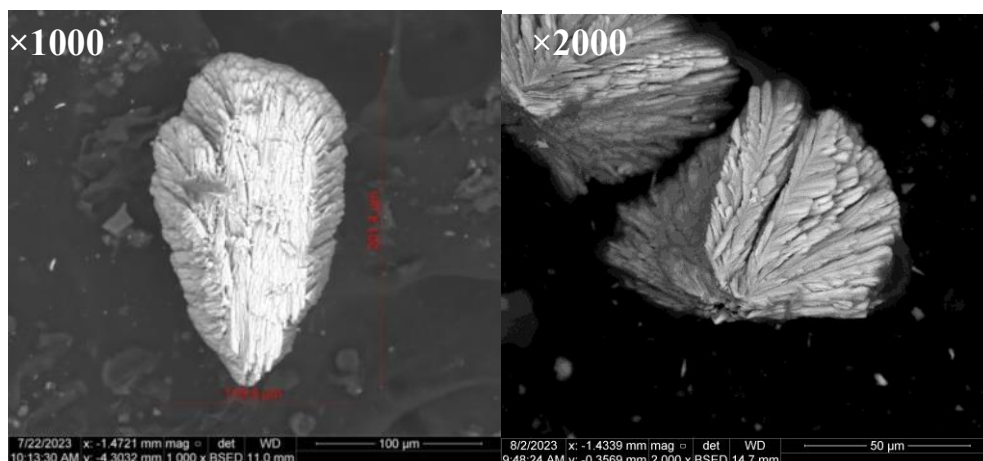


Рисунок 3.4 – Микроструктура материала выплеска

Сегментация керамического покрытия

Сегментация представляет собой кластеры керамического покрытия с ярко выраженными границами. Согласно конструкторско-технологической документации, сегментация на покрытии допустима только после проведения диффузионного отжига, обнаруживаемая при четырехкратном увеличении. Однако в условиях производства сегментация покрытия может появиться и после нанесения покрытия (Рисунок 3.5). Причем адгезионная прочность такого покрытия с подложкой в радиусе замковой или бандажной полки будет значительно меньше, чем на пере лопатки.

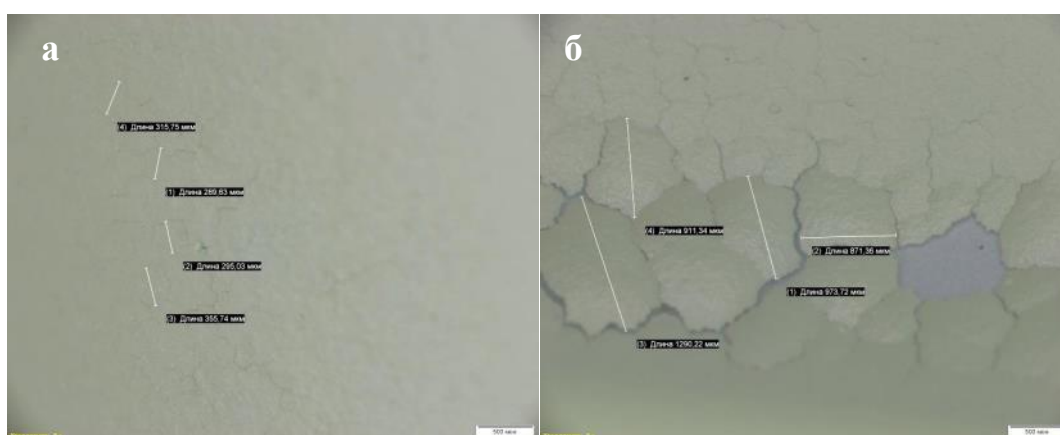


Рисунок 3.5 – Сегментация керамического покрытия: а – на пере лопатки, б - в радиусе перехода пера в замковую полку(до проведения отжига), $\times 50$

Основные причины появления сегментации:

1. Высокая шероховатость поверхности подложки. Кристаллы покрытия формируются в направлении потока испаряемого вещества; при наличии микронеровностей поверхности угол между поверхностью подложки и формирующимся кристаллом будет отличаться от нормали, из-за чего будут образовываться кластеры кристаллов с разной ориентацией кристаллов (Рисунок 3.6). Причем чем больше угол ориентации кристаллов отличается от нормали, тем ниже адгезионная прочность покрытия.

2. Нестабильность работы электронных пушек, отвечающих за подогрев лопатки во время процесса нанесения покрытий. При недостаточной температуре поверхности нарушается процесс формирования столбчатых кристаллов керамического покрытия. На микроуровне это может выражаться в разноструктурности (чередование столбчатых и мелких равноосных кристаллов) и образовании границ раздела в пределах покрытия.

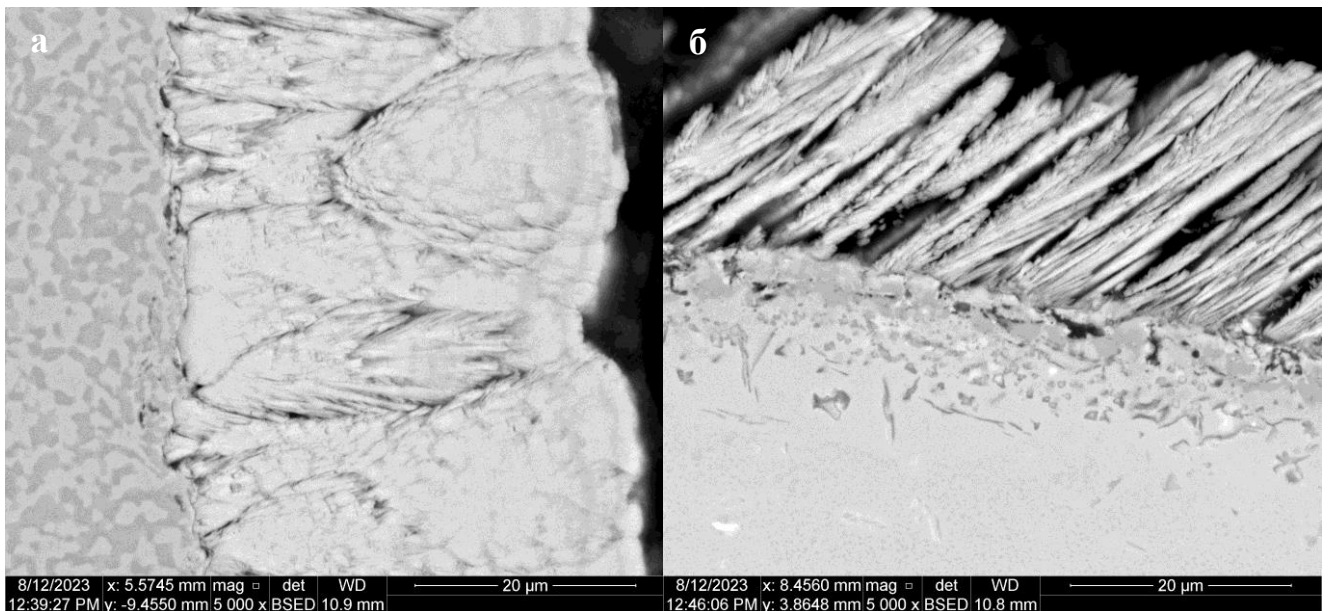


Рисунок 3.6 – Микроструктура керамического покрытия: а – на пере лопатки, б – в радиусе перехода пера в замковую полку, $\times 5000$

Изменение цвета покрытия после термической обработки

Термическая обработка лопаток с керамическим покрытием представляет собой операцию вакуумного диффузионного отжига, предназначенного для повышения адгезионной связи между керамическим покрытием и подложкой.

Изменение цвета керамического покрытия возможно только при условии присутствия кислорода в камере печи, как в случае с окислительным отжигом (окончательно годные лопатки с покрытием подвергаются отжигу в воздушной среде для выравнивания стехиометрического состава керамики, при этом покрытие меняет цвет с серого на белый).

Изменение цвета покрытия после термической обработки являются условным браковочным признаком ввиду отсутствия требований в нормативной документации. Изменение цвета поверхности можно подвести к дефекту только при выявленном нарушении технологического процесса термической обработки, а именно в регистрации факта натекания кислорода в камеру вакуумной печи.

Для выявления причин изменения цвета покрытия после вакуумной термической обработки на исследование была предоставлена лопатка с дефектом, описанном ранее – сегментацией на корыте (Рисунок 3.7, а, в). При анализе параметров процесса нанесения покрытия было установлено отключение электронной пушки, отвечающей за подогрев поверхности в процессе нанесения. Отключение длилось порядка двух минут, после чего нанесение было продолжено. После нанесения покрытия была проведена операция вакуумного диффузионного отжига по утвержденному технологическому процессу. Нарушений в процессе термической обработки выявлено не было, однако поверхность лопаток после операции приобрела зеленый оттенок (Рисунок 3.7, б, г). Помимо зеленого оттенка на корыте было выявлено увеличение интенсивности сегментации керамического покрытия, причем наибольшая интенсивность сегментации наблюдалась в области радиуса перехода корыта в замковую полку.

В условиях серийного производства вакуумная печь используется в множестве технологических процессов, где требуется проведение термической обработки. Так, в рамках данной работы, в вакуумной печи проводилась термическая обработка не только лопаток с покрытием, но и жаростойких высокохромистых материалов. Ввиду того, что хром имеет свойство испаряться при высоких температурах (больше 1000°C), оседая на камере печи, было высказано предположение о том, что зеленый оттенок лопаток являлся следствием оседания хрома с последующим его окислением. Исходя из этого предположения, на поверхности керамического покрытия должен был присутствовать слой толщиной до 1 мкм, состоящий из оксида хрома. Металлографическим анализом с использованием растровой электронной микроскопии было установлено (Рисунок 3.8):

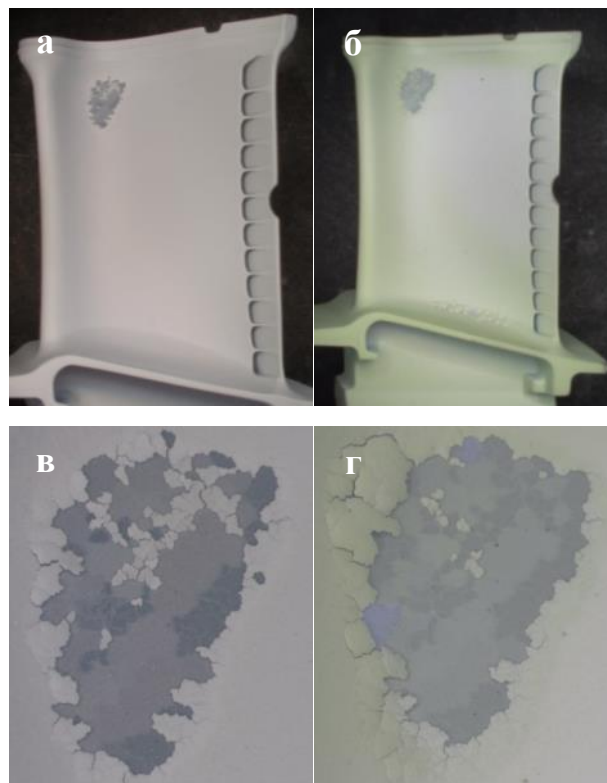


Рисунок 3.7 – Внешний вид лопатки с сегментацией до (а, в) и после (б, г) проведения термической обработки

- присутствие оксида хрома на поверхности керамики;
- частичное окисление жаростойкого покрытия под керамическим слоем;
- наличие слоя термически выращенного оксида между керамическим и жаростойким слоями.

Указанные факты свидетельствуют о том, что изменение цвета поверхности керамического покрытия на лопатках свидетельствует о натекании кислорода в камеру вакуумной печи в процессе отжига, несмотря на то, что сбоя в работе печи не было и значение вакуума было в норме.

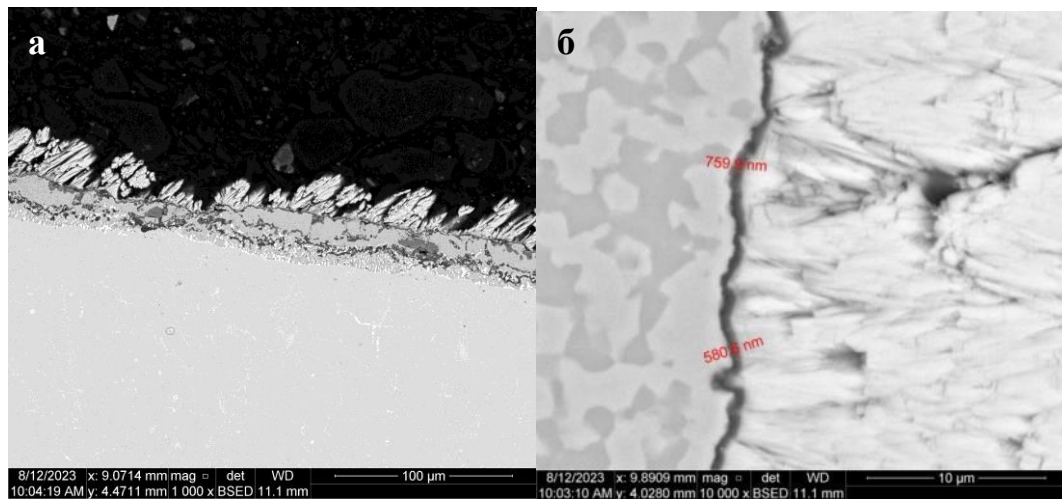


Рисунок 3.8 – Окисление жаростойкого покрытия (а, $\times 1000$) и термически выращенный оксид между слоями покрытия (б, $\times 1000$)

Керамическое покрытие на пере после некорректной работы электронных пушек подогрева состоит из двух слоев (Рисунок 3.9). Причем сегментация с последующим отслоением внешнего слоя керамического покрытия наблюдалась только на корыте. Возможной причиной этого явления помимо охлаждения поверхности могла послужить форма поверхности осаждения – криволинейная вогнутая поверхность. Известно, что микроструктура керамического покрытия на корыте более плотная с большим значением микротвердости, чем на спинке. По этой причине при термическом воздействии в покрытии корыто является более

напряженной частью, о чем свидетельствует образование горизонтальных трещин, не характерных для данного типа покрытия.

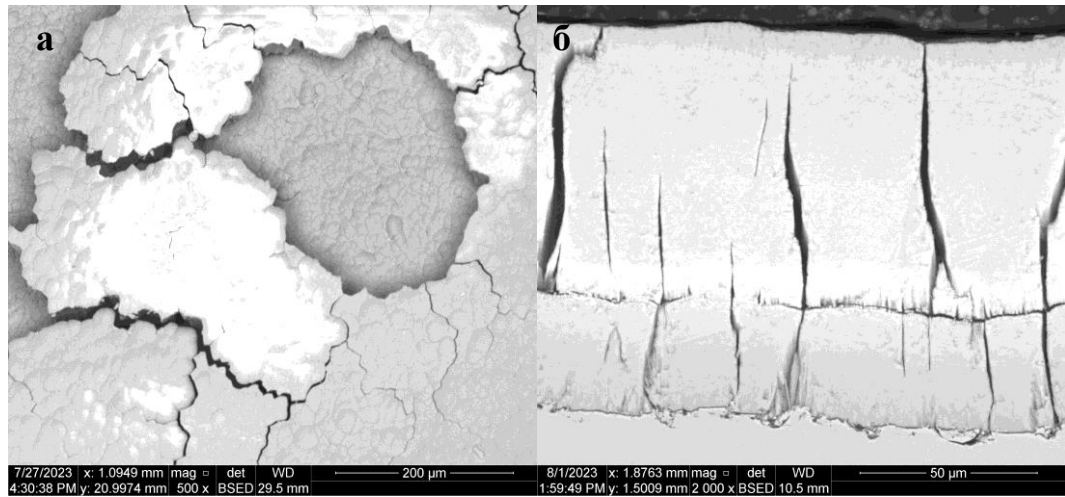


Рисунок 3.9 – Семгентация керамического покрытия после термической обработки: а – поверхность ($\times 500$), б – сечение микрошлифа ($\times 2000$)

Загрязнение поверхностного слоя материала лопаток перед нанесением покрытий

Загрязнения поверхности материала лопатки представляют собой включения инородных материалов, которые невозможно удалить в рамках подготовки поверхности перед нанесением покрытий. Включения представляет собой частицы корунда, внедряющегося в поверхность материала лопатки при пескоструйной обработке поверхности (Рисунок 3.10). Примечателен тот факт, что внедрение корунда происходит при подготовке поверхности перед нанесением металлического покрытия, хотя перед нанесением керамики лопатки проходят одинаковые комплексы подготовительных операций.

Технологический процесс подготовки поверхности включает в себя:

1. пескоструйная очистка электрокорундом 25А F30;
2. промывка дистиллированной водой в УЗК-ванне;
3. сушка при температуре 120...150 °С.

Помимо внедрения фрагментов электрокорунда в поверхностный слой материала, после пескоструйной обработки существует возможность возникновения рекристаллизации поверхности материала лопатки, что является недопустимым для монокристаллических отливок.

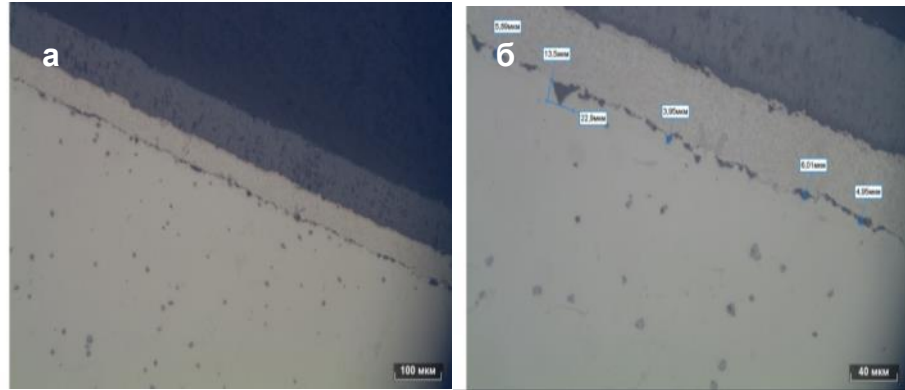


Рисунок 3.10 – Включения электрокорунда в поверхностном слое лопатки:

а - $\times 200$, б - $\times 500$

Для оценки влияния пескоструйной обработки была исследована лопатка с дефектом керамического покрытия в виде отслоения покрытия (Рисунок 3.11). Внешний вид удаленного участка отслоения представлен на Рисунке 3.12. Внутренняя поверхность частицы темно-серого цвета, что свидетельствует об окислении металла под керамическим покрытием.

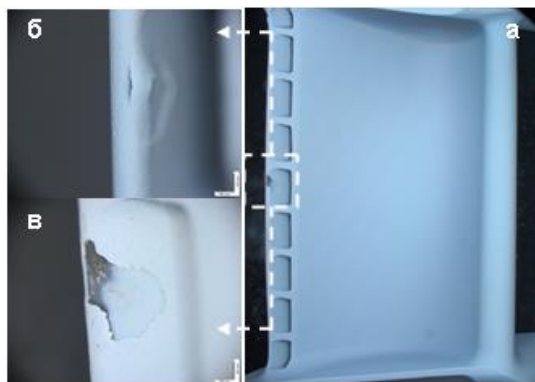


Рисунок 3.11 – Внешний вид лопатки со стороны корыта (а), участка отслоения покрытия (б) и участка под отслоением (в)

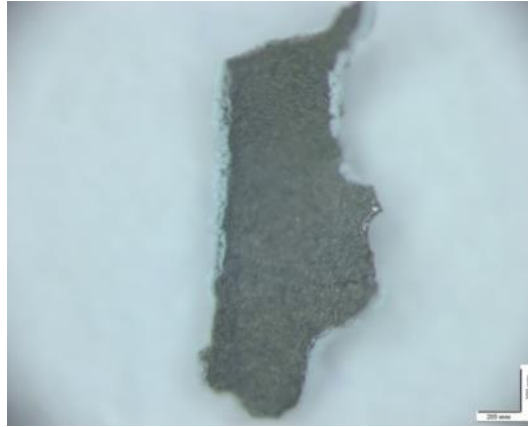


Рисунок 3.12 – Внешний вид удаленного участка отслоения покрытия

Осмотром удаленного участка покрытия и поверхности лопатки под удаленным участком отслоения покрытия (Рисунок 3.13) было установлено:

- внутренняя поверхность удаленного участка имеет следы окисления;
- на поверхности лопатки обнаружены включения на основе оксида алюминия размером до 40 мкм.

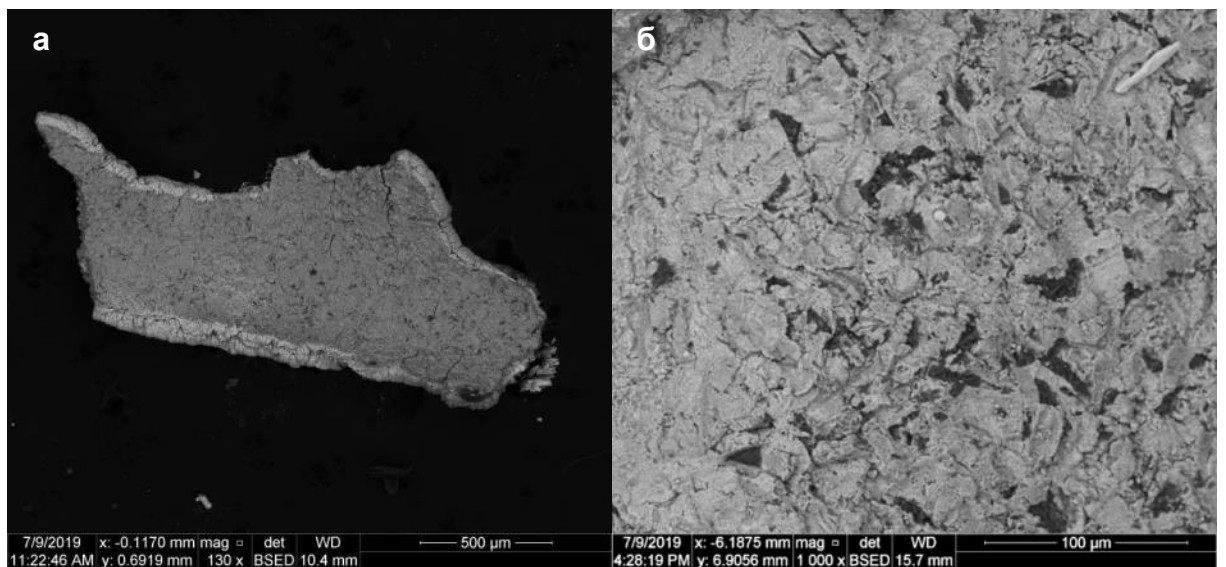


Рисунок 3.13 – Внешний вид удаленного участка отслоения покрытия при увеличении $\times 130$ (а) и поверхности лопатки под удаленным участком отслоения покрытия при увеличении $\times 1000$ (б)

Осмотром шлифа по удаленному участку отслоения покрытия (Рисунок 3.14) было установлено, что толщина отслоение покрытия произошло по диффузионной зоне между металлическим слоем и материалом лопатки. На поверхности лопатки под удаленным участком покрытия были обнаружены фрагменты электрокорунда, внедрившегося в поверхность лопатки после пескоструйной обработки (Рисунок 3.15).

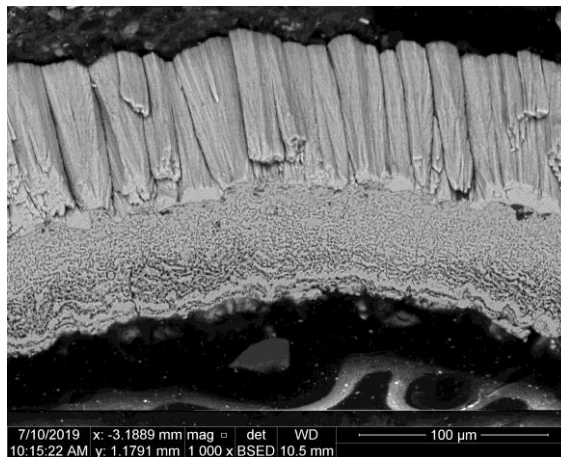


Рисунок 3.14 – Микроструктура удаленного участка отслоения покрытия лопатки, $\times 1000$

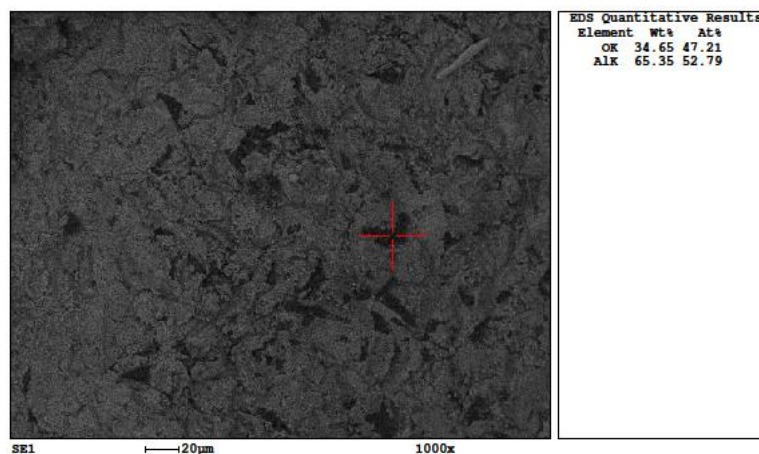


Рисунок 3.15 – Химический состав включений на поверхности лопатки под удаленным участком отслоения покрытия, $\times 1000$

3.2 Выводы по Главе 3

Проанализировав опыт серийной технологии, можно сделать вывод о том, что дефекты теплозащитных покрытий можно условно разделить на две группы:

- дефекты, образовавшиеся при нанесении покрытий;
- дефекты, образовавшиеся при вспомогательных операциях изготовления покрытий.

Дефекты, выявленные визуальным контролем, поддаются устранению, несмотря на увеличение сроков выпуска продукции и её удорожание. Однако наибольшую опасность представляют скрытые дефекты, выявление которых невозможно на этапе изготовления и контроля. Такие дефекты проявляются только при испытаниях или эксплуатации, ставя под угрозу работоспособность всего двигателя в целом. О способах устранения указанных ранее дефектов речь пойдёт в следующих главах.

ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫХ ОПЕРАЦИЙ ПЕРЕД НАНЕСЕНИЕМ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ДЕТАЛЕЙ

4.1 Механические методы подготовки поверхности

Пескоструйная обработка поверхности

После литья монокристаллитные лопатки проходят несколько технологических операций, включая обрезку литников, пескоструйную очистку поверхности, травление, механическую обработку пера лопатки для подгонки геометрических размеров. В результате пескоструйной и механической обработок на поверхности лопатки образуется наклепанный слой.

Как было установлено, склонность сплава к поверхностной рекристаллизации определяется его химическим составом и степенью совершенства монокристалльной структуры. Следует отметить, что монокристалльные сплавы, содержащие в своем составе рений, менее склонны к поверхностной рекристаллизации. Монокристалльные отливки с сильно развитой блочной субструктурой более склонны к рекристаллизации поверхностных слоев.

Отсутствие в составе монокристалльных сплавов упрочнителей зёрен, в частности карбидов, приводит к значительному снижению когезивной прочности границ рекристаллизованных зерен при высоких температурах. Это в свою очередь существенно снижает несущую способность рабочего сечения лопаток за счет рекристаллизованного слоя, особенно при длительных циклических испытаниях. Следует иметь в виду и масштабный эффект, заключающийся в том, что длительная прочность сплавов зависит от геометрических размеров образца: чем меньше площадь поперечного сечения образца, тем ниже его длительная прочность.

Решение этой задачи возможно как за счет разработки и применения более жаропрочных сплавов, в частности рений-рутений содержащих никелевых

жаропрочных сплавов, так и путем совершенствования технологии изготовления литых рабочих лопаток из этих сплавов [73].

Для определения влияния параметров пескоструйной обработки поверхности и выдержки на глубину рекристаллизованного слоя в монокристаллитных отливках жаропрочных никелевых сплавов три цилиндрических образца подвергались разным режимам пескоструйной обработки. Данные о режимах представлены в Таблице 4.1. Микроструктура материала образцов с различными режимами обработки и температурной выдержки представлена на Рисунках 4.1...4.9.

Таблица 4.1 – Режимы пескоструйной обработки образцов

	Давление, атм.	Время, с
Образец № 1	1,5	60
Образец № 2	3	60
Образец № 3	5	60

После пескоструйной обработки образцы разрезались на части с целью дальнейших температурных испытаний.

T=1000°C, p=1,5 атм., τ=2 часа

T=1000°C, p=1,5 атм., τ=24 часа

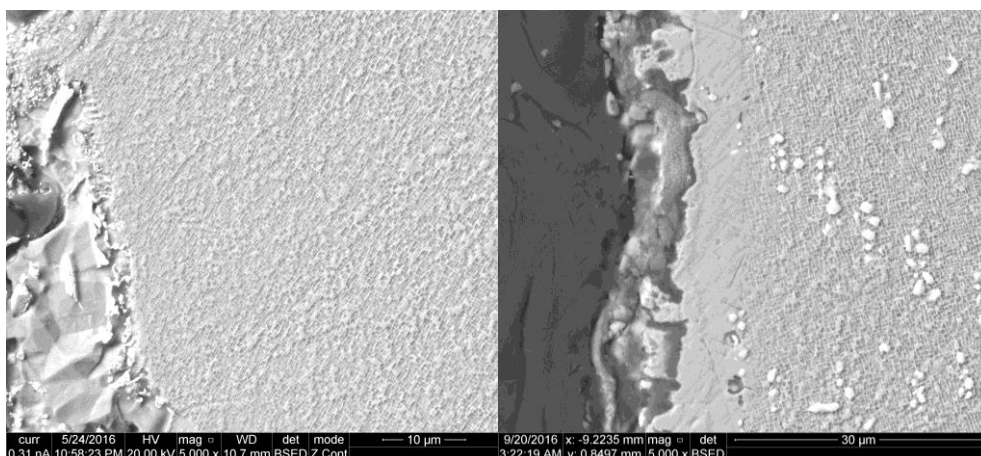


Рисунок 4.1 – Микроструктура образца №1 ×5000

T=1000°C, p=3 атм., τ=2 часа

T=1000°C, p=3 атм., τ=24 часа

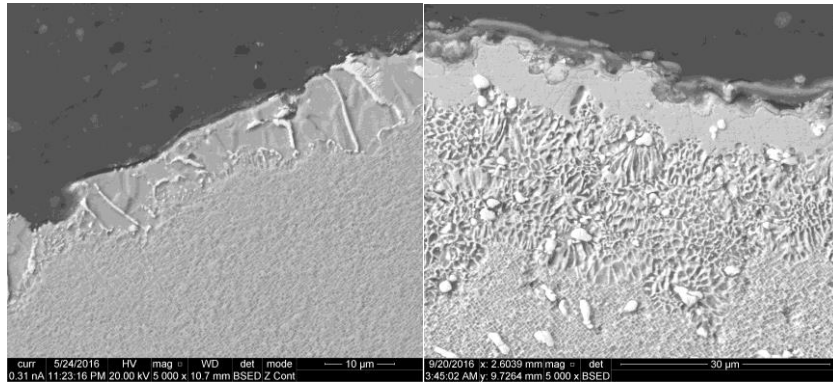


Рисунок 4.2 – Микроструктура образца №2, ×5000

T=1000°C, p=5 атм., τ=2 часа

T=1000°C, p=5 атм., τ=24 часа

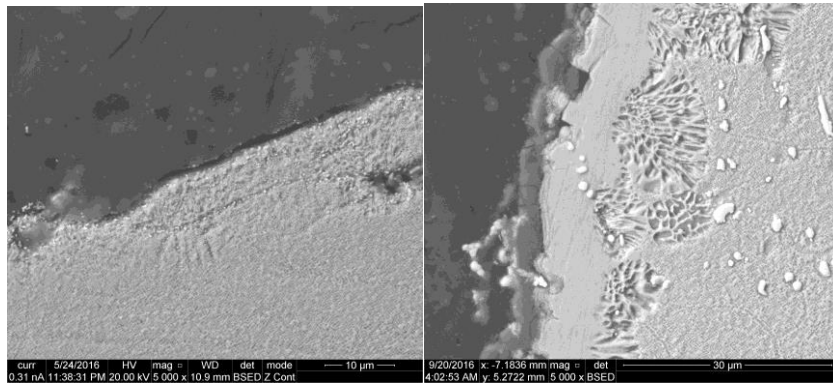


Рисунок 4.3 – Микроструктура образца №3, ×5000

T=1100°C, p=1,5 атм., τ=2 часа

T=1100°C, p=1,5 атм., τ=24 часа

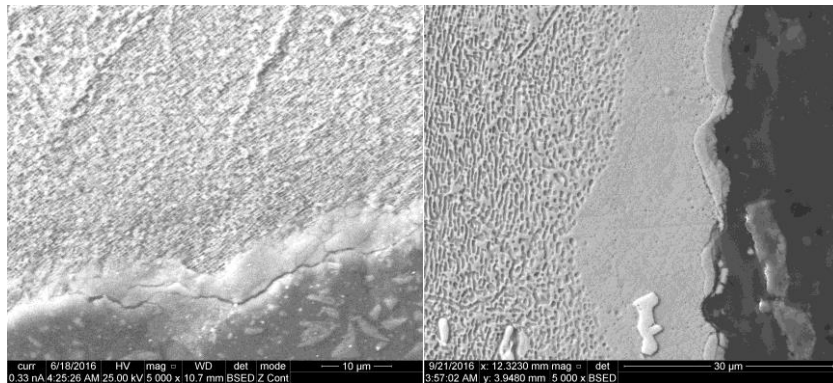


Рисунок 4.4 – Микроструктура образца №1, ×5000

T=1100°C, p=3 атм., τ=2 часа

T=1100°C, p=3 атм., τ=24 часа

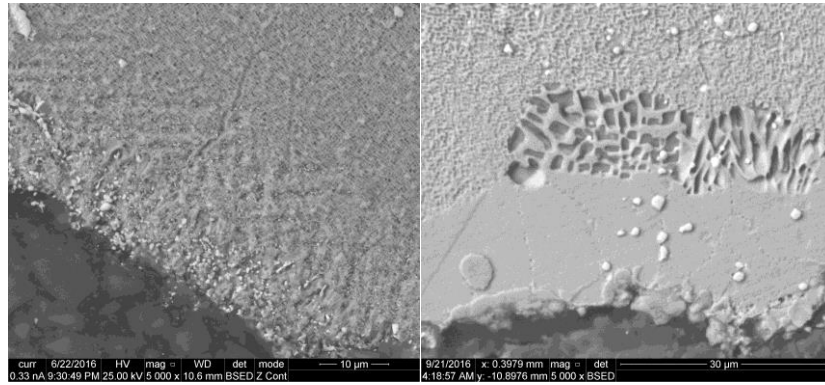


Рисунок 4.5 – Микроструктура образца №2, ×5000

T=1100°C, p=5 атм., τ=2 часа

T=1100°C, p=5 атм., τ=24 часа

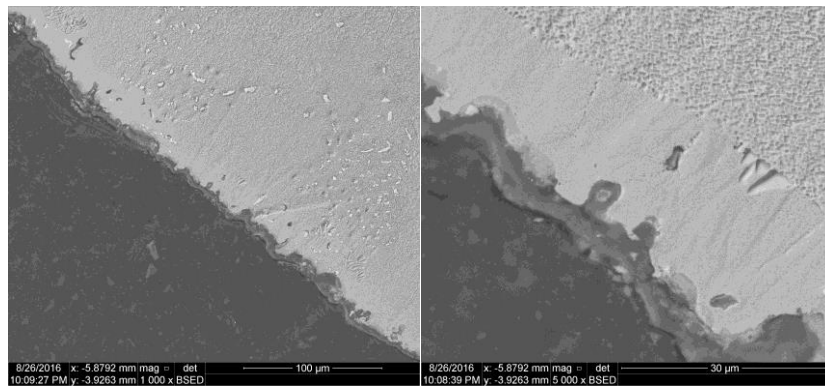


Рисунок 4.6 – Микроструктура образца №3, ×5000

T=1200°C, p=1,5 атм., τ=2 часа

T=1200°C, p=1,5 атм., τ=24 часа

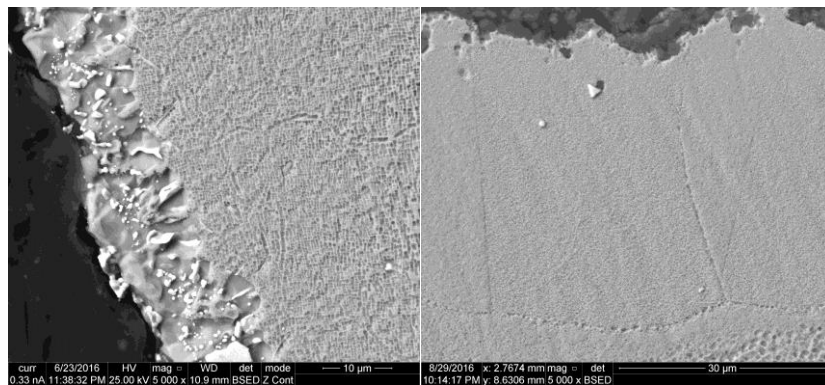


Рисунок 4.7 – Микроструктура образца №1, ×5000

$T=1200^{\circ}\text{C}$, $p=3$ атм., $\tau=2$ часа

$T=1200^{\circ}\text{C}$, $p=3$ атм., $\tau=24$ часа

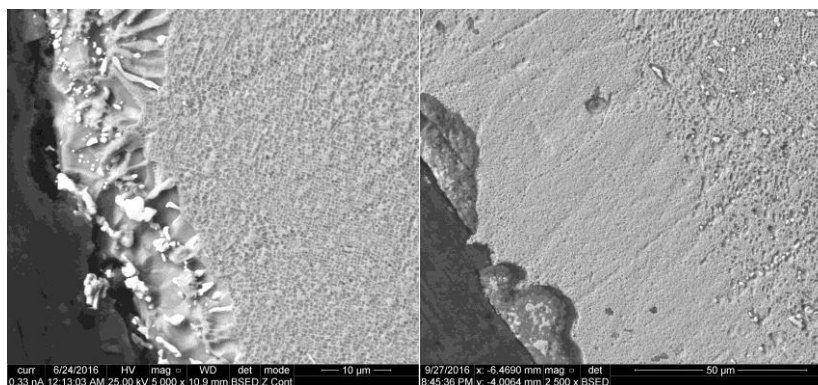


Рисунок 4.8 – Микроструктура образца №2, $\times 5000$

$T=1200^{\circ}\text{C}$, $p=5$ атм., $\tau=2$ часа

$T=1200^{\circ}\text{C}$, $p=5$ атм., $\tau=24$ часа

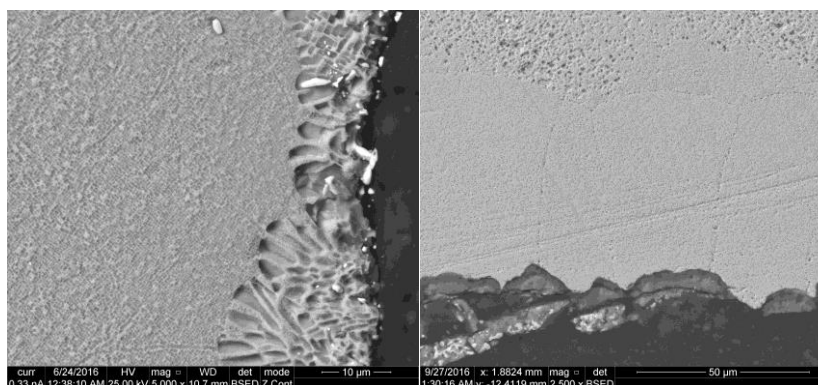


Рисунок 4.9 – Микроструктура образца №3, $\times 5000$

В работе [74] получили зависимость глубины рекристаллизованного слоя от температуры выдержки, что представлена на Рисунке 4.10. Результаты проведенных экспериментов лишь подтверждают данную зависимость.

Выводы по результатам проведенных исследований

Исходя из полученных данных, можно выявить ряд общих закономерностей развития поверхностной рекристаллизации монокристаллитных отливок из жаропрочных никелевых сплавов:

1. При температуре выдержки 1000°C рекристаллизации не происходит, независимо от степени обработки поверхности. Установлено, что размер

упрочняющей фазы в поверхностном слое отливок составляет 0,1...0,4 мкм. Температура начала рекристаллизации ниже температуры солвус, т.е. находится в двухфазной области. Скорость рекристаллизации в двухфазной области невелика, так как миграция рекристаллизованных границ тормозится частицами γ' -фазы, выделениями эвтектики γ/γ' и порами.

2. При температуре выдержки 1100°C упрочняющая фаза начинает растворяться, при этом ее размер составляет менее 0,1 мкм. Судя по всему, упрочняющая фаза уже не может служить барьером для миграции рекристаллизованных границ. Кроме того, выделения эвтектической фазы, наблюдаемые при времени выдержки $\tau=2$ ч, оттесняются вглубь материала на некоторое расстояние.

3. При увеличении температуры выдержки увеличивается глубина слоя растворенной γ' -фазы и, соответственно, рекристаллизованного слоя.

4. Степень обработки при пескоструйной обработке поверхности практически никак не влияет на процесс рекристаллизации. Более того, даже незначительное давление (1,5 атм.) при условии длительной выдержки (более 2 часов) и температуры более 1000°C запускают процесс рекристаллизации.

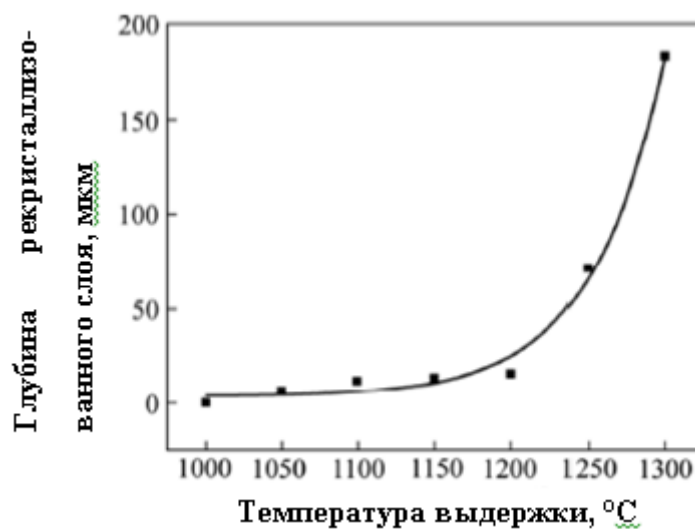


Рисунок 4.10 – Зависимость рекристаллизованного слоя от температуры выдержки

Виброгалтовка

Виброгалтовка представляет собой процесс механической обработки, при котором изделия (в данном случае лопатки турбин) с нанесенным покрытием помещают в барабан, заполненный гранулами, сделанными из природного или синтетического абразивного материала и керамического связующего. Барабан приводят во вращательное и/или колебательное движение так, чтобы гранулы полировали поверхность аэродинамического профиля. Гранулы имели форму треугольной пирамиды размером 2...8 мкм. Материал гранул – оксид алюминия. Схематичное представление установки для виброгалтовки представлено на Рисунке 4.11.

Длительность выполнения операции виброгалтовки составила 120 минут.

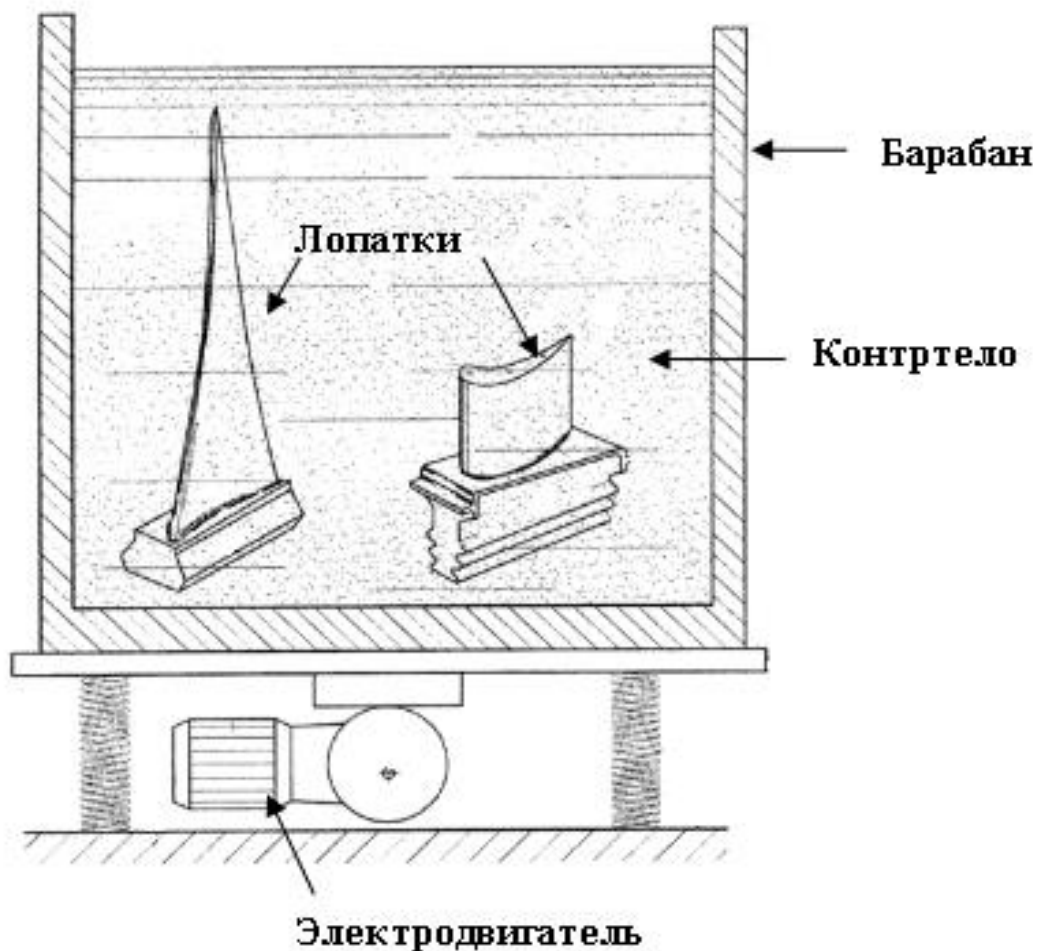


Рисунок 4.11 – Схема установки для виброгалтовки

Измерение шероховатости поверхности металлического покрытия для лопаток до и после операции виброгалтовки производилось в семи зонах (Рисунок 4.12). Результаты измерений шероховатости представлены в Таблице 4.2.

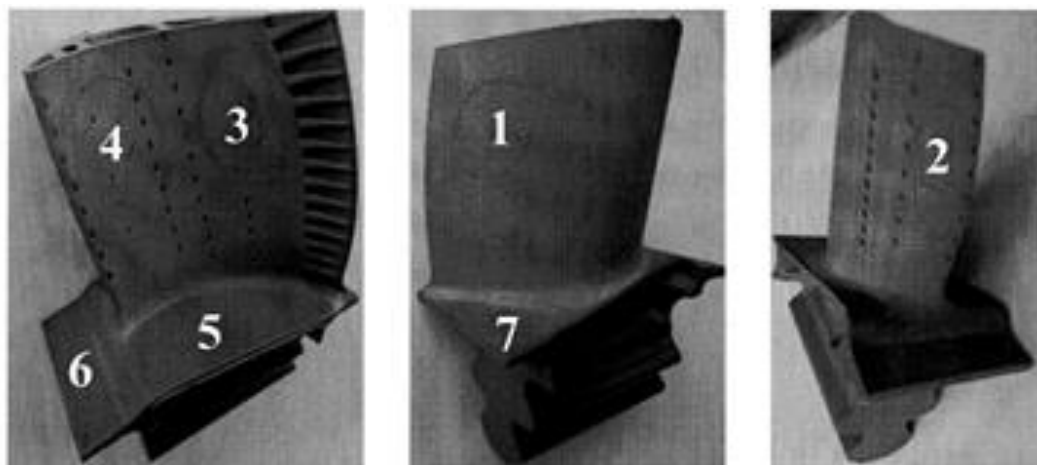


Рисунок 4.12 – Зоны контроля шероховатости поверхности

Таблица 4.2 – Результаты контроля шероховатости

Зоны контроля	Значение Ra на контролируемых зонах, мкм	
	До виброгалтовки	После виброгалтовки
1	4,5	0,6
2	6,4	0,7
3	3,5	0,6
4	3,0	0,6
5	1,0	0,4
6	1,6	0,5
7	2,1	0,7

Микрорельеф поверхности металлического покрытия в сечении микрошлифа до и после виброгалтовки представлен на Рисунке 4.13.

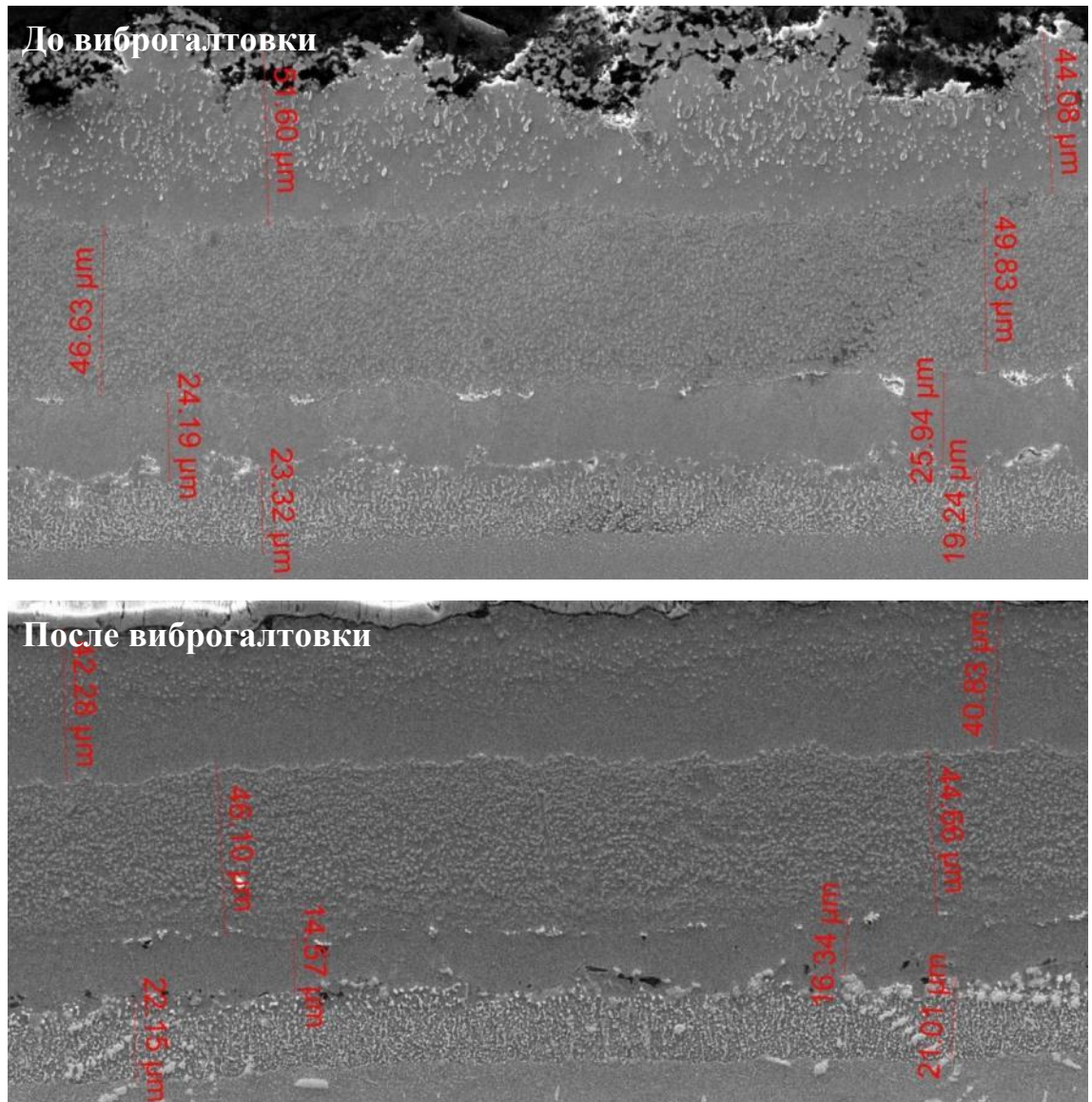


Рисунок 4.13 – Микроструктура металлического покрытия на лопатки до и после операции виброгалтовки, $\times 5000$

После нанесения керамического покрытия на ребрах лопаток, прошедших виброгалтовку, были обнаружены отслоения металлического покрытия (Рисунок 4.14). На лопатке была нанесена система многослойного металлического покрытия, и разрушение произошло по карбидным фазам диффузионной зоны между покрытием и материалом лопатки. Очевидно, что вибрационное воздействие при данном типе обработки поверхности вызывает появление микротрещин в участках материала с максимальной разницей микротвердости.

При последующем нагреве лопаток в процессе нанесения керамического покрытия эти микротрещины растут и приводят к отслоению металлического покрытия.

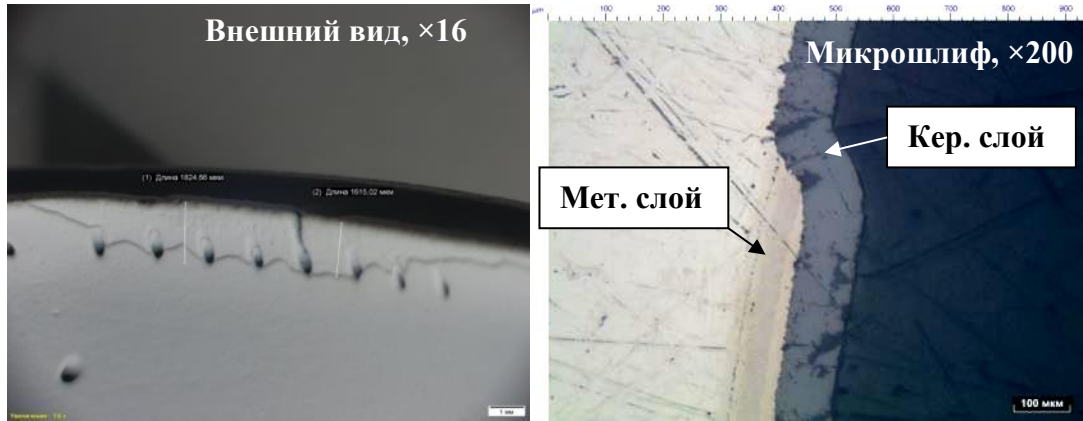


Рисунок 4.14 – Отслоение металлического покрытия по реборде лопатки

Выводы по результатам проведенных исследований

Несмотря на высокую производительность и обеспечение минимальной шероховатости поверхности при операции виброгалтовки, её применение может вызывать отслоение многослойных металлических покрытий.

4.2. Химическое травление поверхности перед нанесением покрытий

Для подготовки поверхности монокристаллических лопаток перед нанесением покрытий необходимо использовать технологии, не вызывающие искажений кристаллической решетки и последующего зарождения центров кристаллизации в поверхностном слое.

В ходе экспериментальных работ для подготовки поверхности образцов перед нанесением покрытий был использован раствор фтористоводородной кислоты и регулятор травления. Раствор был предварительно нагрет до диапазона температур 18...30 °С, время выдержки 5...6 часов. Поверхность образцов после травления представлена на Рисунке 4.15.

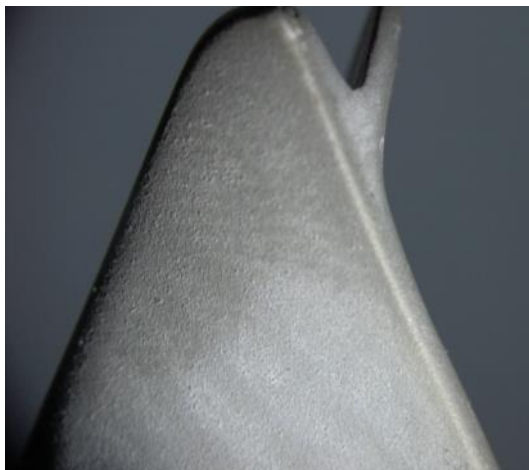


Рисунок 4.15 – Поверхность образца после травления в растворе фтористоводородной кислоты, $\times 30$

Внешним осмотром было установлено, что при данном методе подготовки произошел растрав поверхности детали. Значение шероховатости поверхности образца Ra составило 6,2 мкм. На поверхности также были обнаружены светлые разводы, предположительно, являющиеся продуктами реакции материала образца и реактива для травления. Внешний вид микрошлифа поверхности данного образца представлен на Рисунке 4.16.

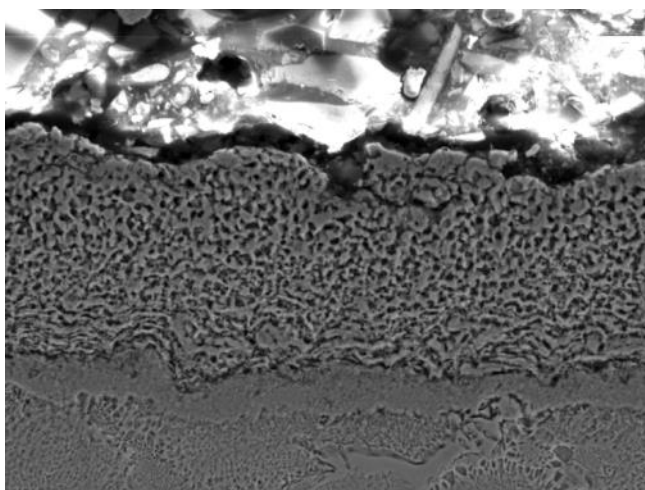


Рисунок 4.16 – Микрошлиф поверхности образца после операции химического травления, $\times 1000$

Выводы по результатам проведенных исследований

При химическом травлении поверхности деталей происходит растрыв напряженного поверхностного слоя материала в микрообъемах. Несмотря на положительный эффект травления, заключающийся в снижении поверхностных напряжений в материале, необходимо подбирать режимы травления, обеспечивающие шероховатость в пределах, заданных конструкторской документацией. Более того, на поверхности детали могут оставаться не удаленные продукты травления, которые при нанесении покрытия могут значительно снизить адгезию последнего к подложке.

4.3 Электрохимические методы подготовки поверхности перед нанесением покрытий

Ионное травление поверхности

Современные технологии вакуумного нанесения покрытий позволяют проводить травление поверхности покрываемых деталей с помощью ионизации испаряемого материала (в случае ионно-плазменного нанесения металлических покрытий ионизируется материал катода) или технологического газа (аргона). Технология ионного травления поверхности заключается в том, что ионизированные атомы при подаче напряжения смещения на деталь бомбардируют поверхность, выбивая атомы подложки и тем самым ионизируя их. Возможность ионного травления предусмотрена и при электронно-лучевом испарении керамических материалов. При этом напряжение смещения может достигать 2 кВ.

Для исследования влияния шероховатости поверхности на термостойкость покрытий образцы прошли операцию ионного травления. Шероховатость поверхности Ra этих образцов составила 0,83 мкм. Фотография микрошлифа поверхности образца после операции ионного травления представлена на Рисунке 4.17.

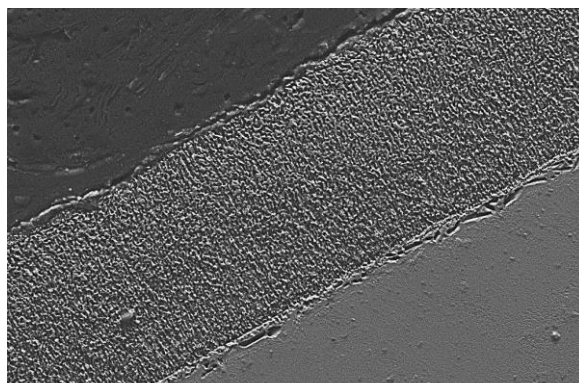


Рисунок 4.17 – Микрошлиф поверхности образца после операции ионного травления, $\times 1000$

Сухая электрополировка

Схема устройства установки сухой электрополировки (СЭП) представлена на Рисунке 4.19. Способ сухой электрополировки при помощи электрически активных твердых частиц основан на контакте частиц (9) с электродом (3) электрического источника (2) питания с последующим выбросом частиц (9) в направлении обрабатываемой поверхности. В результате контакта происходит передача электрического заряда с частиц на металлическую поверхность. Этот контакт вызывает окислительно-восстановительный процесс на поверхности металла, создавая эффект полировки.

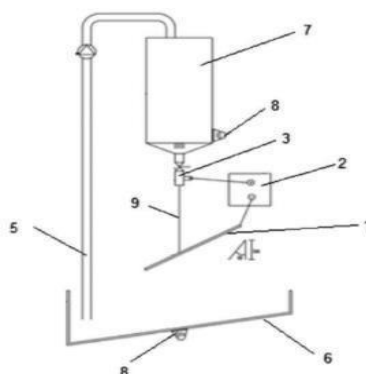


Рисунок 4.19 – Схема установки сухой электрополировки

В рамках данной работы СЭП была проведена только на образце из никелевого жаропрочного монокристаллического сплава, лопатки с металлическим покрытием подготовку поверхности не проходили. Внешний вид образцов представлен на Рисунке 4.20. Поверхность образцов блестящая, рисок и царапин на поверхности рабочей части не выявлено. Шероховатость поверхности Ra рабочей части образцов после операции СЭП составило 0,18...0,22 мкм. На резьбовой части образцов были выявлены разводы и неудаленные электрически активные твердые частицы.

Микрорельеф поверхности материала образца в сечении микрошлифа после операции СЭП представлен на Рисунке 4.21. Микроструктурных изменений в поверхностном слое материала не обнаружено.

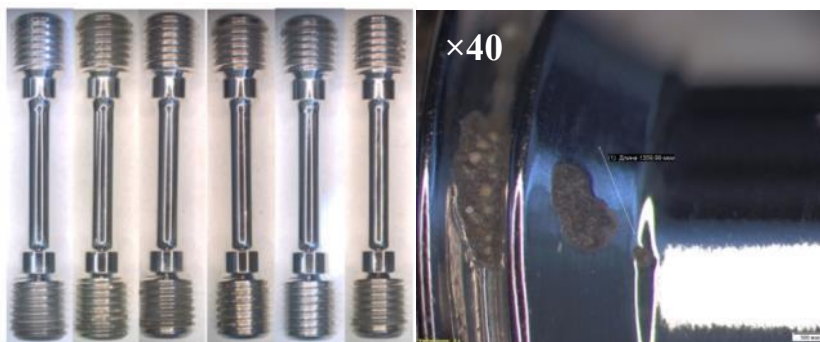


Рисунок 4.20 – Внешний вид образцов после проведения СЭП

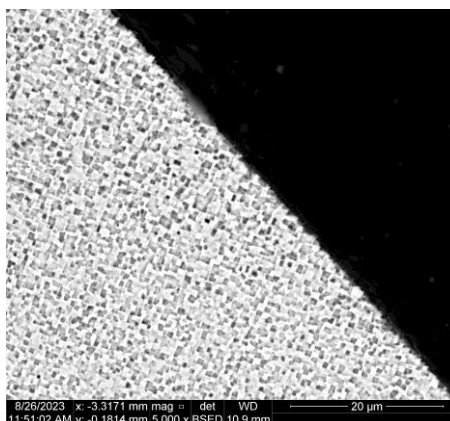


Рисунок 4.21 – Микроструктура материала образца после проведения СЭП,
×5000

Электролитно-плазменная полировка

Способ подготовки поверхности основан на принципе локального анодного растворения металла при больших плотностях тока. Образующиеся при электролизе продукты анодного растворения удаляются с обрабатываемой поверхности из рабочей зоны потоком электролита, прокачиваемого с высокой скоростью через малый межэлектродный зазор. В качестве электролита был использован водный раствор фторида натрия и сульфата аммония. Схема работы установки представлена на Рисунке 4.22.

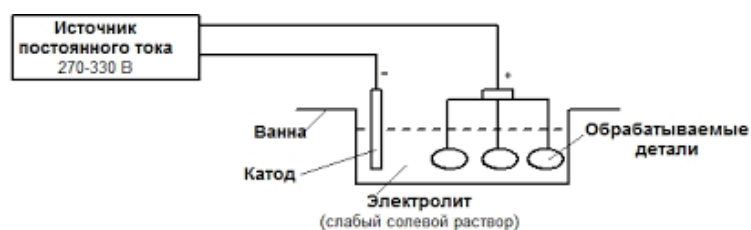


Рисунок 4.22 – Схема работы установки для ЭПП

На Рисунке 4.23 представлен внешний вид лопатки из жаропрочного никелевого сплава до и после проведения ЭПП. Шероховатость поверхности Ra до обработки составляла 1,7...2,7 мкм, после обработки – 0,3...0,7 мкм. Микрорельеф поверхности лопаток в сечении микрошлифа представлен на Рисунке 4.24. Растрava поверхности и дефектного поверхностного слоя на лопатке после ЭПП не выявлено.



Рисунок 4.23 – Внешний вид лопатки до и после операции электролитно-плазменной полировки

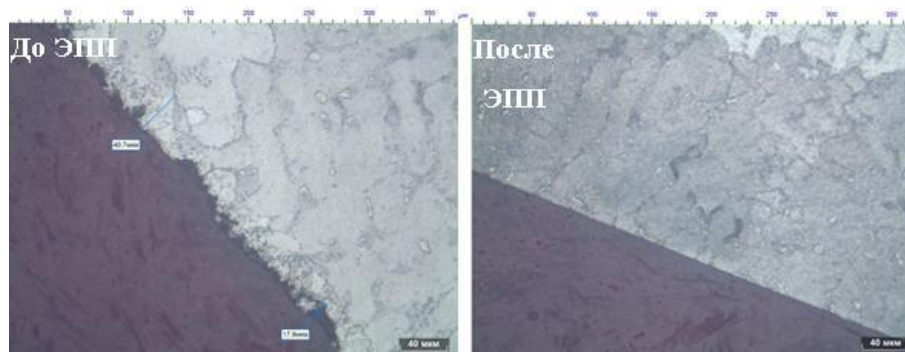


Рисунок 4.24 – Микроструктура материала лопатки до и после операции электролитно-плазменной полировки, $\times 500$

Выводы по результатам исследований

Электрохимические методы подготовки лопаток перед нанесением покрытий способны обеспечить шероховатость поверхности Ra на уровне 0,2...0,8 мкм. Важными преимуществами электрохимических методов подготовки поверхности перед механическими методами являются:

- высокий класс точности поверхности;
- отсутствие напряженного состояния поверхностного слоя;
- отсутствие микроструктурных изменений в поверхностном слое обрабатываемого материала;
- возможность автоматизации производства;
- высокая скорость обработки.

Вместе с тем для метода сухой электрополировки требуется дополнительная очистка поверхности от продуктов реакции между электрически активными частицами и обрабатываемым материалом.

4.4 Результаты термоциклических испытаний образцов с разными методами подготовки поверхности

Для установления влияния шероховатости поверхности перед нанесением на термостойкость покрытий, были использованы образцы из равноосного

жаропрочного сплава с различными методами обработки поверхности. Данные образцы были помещены в высокотемпературную печь с окислительной атмосферой с нагревом до 1050°C и последующей выдержкой в течение 1 часа и охлаждением на воздухе до 400°C. Результаты экспериментов представлены на Рисунке 4.25.

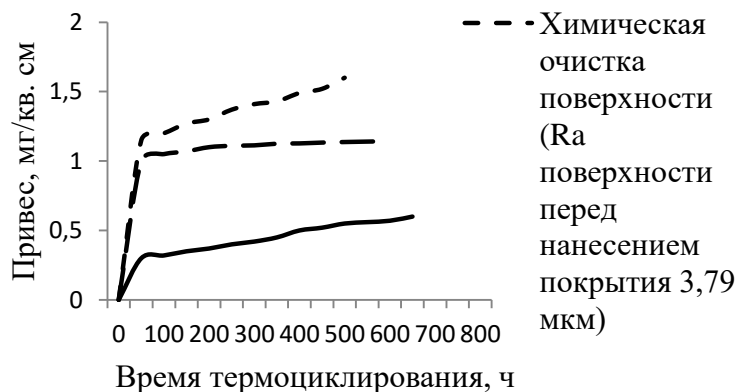


Рисунок 4.25 – Влияние шероховатости поверхности защищаемого материала на термостойкость теплозащитных покрытий

Выводы по Главе 4

1. При нанесении покрытий на детали, изготовленные путем поликристаллического литья, предлагается использовать метод, сочетающий пескоструйную обработку поверхности с последующей электрохимической подготовкой для сочетания оптимальных показателей производительности, низкой шероховатости и минимального загрязнения поверхности деталей.

2. Для деталей, изготовленных по технологии монокристаллического литья, перспективным методом подготовки поверхности перед нанесением покрытий является электролитно-плазменная полировка ввиду его технологичности. Отказ от пескоструйной обработки поверхности монокристаллических отливок позволяет избежать поверхностной рекристаллизации, отрицательно влияющей на долговечность изделий и двигателя в целом.

ГЛАВА 5. АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА КАЧЕСТВО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ

5.1 Влияние температуры подложки на микроструктуру теплозащитных покрытий

Одним из преимуществ технологии электронно-лучевого нанесения покрытий в вакууме является возможность изменения параметров процесса нанесения покрытия. Как известно, существует трехзонная модель [75], поясняющая взаимосвязь между температурой подложки $T_{\text{подл}}$, температурой плавления испаряемого материала $T_{\text{пл}}$ и микроструктурой формируемого покрытия (Рисунок 5.1):

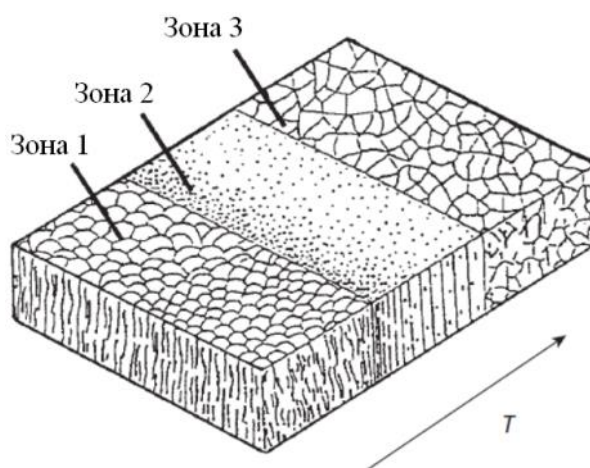


Рисунок 5.1 – Взаимосвязь между температурой подложки
и структурой покрытия.

Зона 1 - низкотемпературная, до некоторой граничной температуры T_1 , равной примерно $0,3T_{\text{пл}}$ конденсируемого вещества. Ниже температуры T_1 структура конденсатов имеет куполообразное строение. Сочленение смежных кристаллитов происходит без явно выраженной межкристаллитной границы. Во внутренних объемах кристаллитов, особенно в пограничных зонах, присутствуют

микропоры. Размеры конусообразных кристаллитов (диаметры полусфер) увеличиваются с ростом температуры.

Зона 2 — промежуточная, между T_1 и T_2 , где $T_2=(0,45...0,5)T_{пл}$ конденсируемого вещества. В окрестности T_1 происходит постепенный переход ко второй зоне с ровной поверхностью. В сечении четко выражена столбчатая структура. Отличительной особенностью этой структуры является наличие хорошо выявляемых металлографическим способом межкристаллитных границ. Микропористость практически не проявляется. Ширина столбчатых кристаллитов увеличивается по мере роста температуры подложки. Столбчатая структура наблюдается до температуры T_2 .

Зона 3 — высокотемпературная, выше T_2 , образуется практически равноосная структура, которая выявляется и на поверхности конденсата в результате термического травления. Если конденсируемое вещество имеет превращение при температуре T_x , то в конденсате появится дополнительное изменение структуры в окрестности температуры подложки $T = T_x$.

Температура подложки является не единственным фактором, влияющим на структуру покрытия. Изменение температуры покрытия во время процесса его нанесения, т.е. тока подогрева изделий, может оказывать влияние на субструктуру кристаллов керамического покрытия. Для установления влияния тока подогрева изделий на микроструктуру при формировании керамического покрытия была проведена серия опытных работ, описанные ниже.

Параметры нагрева покрытий в процессе нанесения указаны в Таблице 5.1.

Образец 1

Таблица 5.1 – Режим нанесения керамического покрытия

Ток нагрева		0,55 А
Время нагрева		10 минут
Ток подогрева:	1-19 минут	0,4 А
	19-40 минут	0 А
	40-45 минут	0,3 А

Опытное покрытие наносилось по режиму, указанному в Таблице 5.2. Как видно из Рисунка 5.2, покрытие состоит из нескольких зон. Зона 1 наиболее плотная, что объясняется высокими значениями токов нагрева (0,55 А) и подогрева на начальной стадии нанесения (0,4 А). В дальнейшем, при снижении тока подогрева, начинает формироваться столбчатая микроструктура в зоне 2. Одновременно с этим увеличивается ширина вертикальных пор до 1,5 мкм. Помимо этого, на расстоянии ~ 40 мкм начинает формироваться слоистая субструктура внутри столбчатых кристаллитов. Данный факт может объясняться как вращением образца в процессе нанесения, так и перемещением электронного луча, генерируемого пушкой подогрева, в результате чего происходит неравномерный нагрев поверхности. Предположительно, образование горизонтальных границ обусловлено снижением тока подогрева до 0 А в зоне 2. Граница в начале зоны 3 объясняется нагревом поверхности покрытия при включении тока пушки подогрева до 0,3 А. В ходе измерения толщины слоев, нанесенных при данных режимах подогрева, были получены следующие данные (Таблица 5.2).

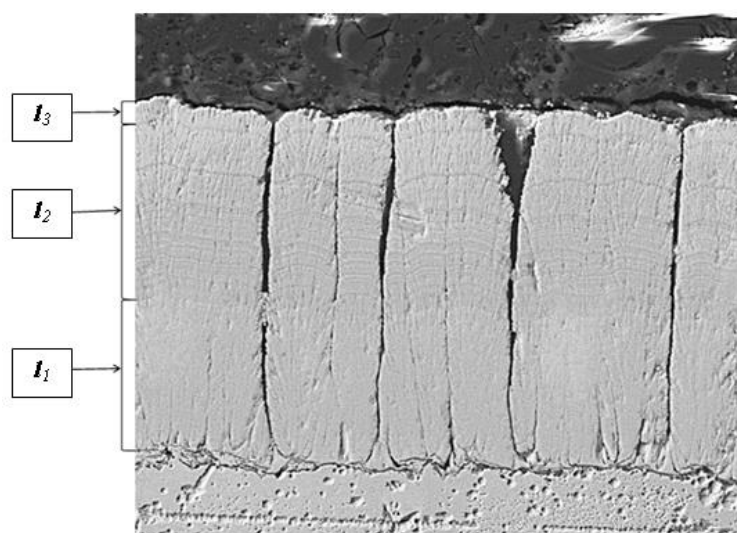


Рисунок 5.2 – Микроструктура покрытия 8YSZ с изменяющейся температурой подогрева, $\times 2000$

Таблица 5.2 – Результаты измерений толщин слоев l_1 (время нанесения 19 мин, ток подогрева 0,4 А), l_2 (время нанесения 21 мин, ток подогрева 0 А) и l_3 (время нанесения 5 мин, ток подогрева 0,3 А)

№ изм.	l_1	l_2	l_3	№ изм.	l_1	l_2	l_3
1	36,51	42,45	5,74	17	36,99	41,01	5,67
2	37,00	41,89	5,70	18	36,76	42,86	5,63
3	35,18	42,06	5,71	19	37,49	40,75	5,74
4	37,40	42,50	5,77	20	38,12	41,28	5,79
5	37,15	43,02	5,72	21	36,48	41,15	5,77
6	36,89	41,85	5,78	22	38,55	42,03	5,61
7	38,15	42,38	5,94	23	36,48	40,99	5,63
8	36,78	42,40	5,73	24	37,84	41,89	5,86
9	35,78	42,43	5,79	25	37,82	43,25	5,74
10	37,18	42,45	5,78	26	36,48	43,47	5,71
11	37,45	41,99	5,78	27	37,19	43,02	5,69
12	36,71	41,21	5,77	28	38,19	42,68	5,77
13	36,13	42,52	5,71	29	37,46	42,69	5,61
14	37,53	42,54	5,73	30	37,63	42,54	5,69
15	37,47	41,56	5,69	31	36,80	41,56	5,78
16	36,81	42,59	5,74	32	38,45	42,54	5,76
$\bar{l}_1=37,15$							
$\bar{l}_2=42,17$							
$\bar{l}_3=5,74$							

Отбраковка грубых ошибок проводилась методом сравнения расчетного критерия с табличным $t_m (P; n)$ в соответствии с доверительной вероятностью и количеством измерений. При доверительной вероятности $P=0,95$ и $n=31$ табличное значение критерия составляет $t_m=2,938$. Расчетные значения критерия

Смирнова-Груббса представлены в Таблице 5.3. Как можно видеть, грубых ошибок в результатах измерений толщин слоев не наблюдается.

Таблица 5.3 – Расчетные значения критерия Смирнова-Груббса для отбраковки грубых ошибок измерения толщин слоев l_1 , l_2 и l_3

№ изм.	tp_1	tp_2	tp_3	№ изм.	tp_1	tp_2	tp_3
1	1,08	0,48	0,09	17	0,27	2,02	1,31
2	0,26	0,49	0,71	18	0,66	1,19	2,11
3	3,32	0,20	0,51	19	0,57	2,47	0,09
4	0,42	0,57	0,69	20	1,63	1,55	1,09
5	0,00	1,47	0,31	21	1,13	1,78	0,69
6	0,44	0,56	0,89	22	2,36	0,25	2,51
7	1,68	0,36	4,10	23	1,13	2,06	2,11
8	0,63	0,40	0,11	24	1,16	0,49	2,49
9	2,31	0,44	1,09	25	1,13	1,87	0,09
10	0,05	0,48	0,89	26	1,13	2,25	0,51
11	0,50	0,32	0,89	27	0,06	1,47	0,91
12	0,74	1,67	0,69	28	1,75	0,88	0,69
13	1,72	0,60	0,51	29	0,52	0,90	2,51
14	0,64	0,64	0,11	30	0,81	0,64	0,91
15	0,54	1,07	0,91	31	0,59	1,07	0,89
16	0,58	0,73	0,09	32	2,19	0,64	0,49

В соответствии с результатами измерений, можно определить скорость роста керамического покрытия v_1 , v_2 и v_3 при среднем значении толщины слоев l_1 , l_2 и l_3 , нанесенных за время испарения τ_1 , τ_2 и τ_3 :

$$v_1 = \frac{l_1}{\tau_1} = \frac{37,15}{19} = 1,95 \text{ мкм/с};$$

$$v_2 = \frac{l_{21}}{\tau_2} = \frac{42,17}{21} = 2,01 \text{ мкм/с}.$$

$$v_3 = \frac{l_{21}}{\tau_3} = \frac{5,74}{5} = 1,15 \text{ мкм/с}.$$

Исходя из полученных значений скоростей роста керамического покрытия, можно предположить, что при снижении тока подогрева скорость роста керамического покрытия увеличивается, а при повышении тока - снижается.

Для установления наличия или отсутствия зависимости между током подогрева изделий и стехиометрическим составом покрытия, внутри каждого из текстурированного слоя был определен элементный состав (Таблица 5.4). По результатам измерения химического состава материала керамического покрытия в участках с разным значением тока подогрева установлено, что какой-либо зависимости между током подогрева изделий и стехиометрическим составом покрытия не существует.

Таблица 5.4 – Химический состав керамического покрытия

№ исследуемой зоны	O, %			Y, %			Zr, %		
l_1	26,40	25,11	25,75	5,56	4,48	4,53	68,05	70,41	69,73
l_2	26,53	24,83	27,53	5,68	5,19	5,76	67,79	69,98	66,70
	27,70	25,46	28,41	5,02	5,24	5,46	67,28	69,30	66,13
	27,82	24,91	27,25	5,86	6,02	6,44	66,32	69,07	66,31
l_3	27,57	26,16	26,09	6,40	4,89	5,33	66,03	68,95	68,58

Образец 2

Можно отметить некоторые особенности микроструктуры покрытия (Рисунок 5.3), нанесенного с параметрами, указанными в Таблице 5.5:

Таблица 5.5 – Режим нанесения керамического покрытия

Ток нагрева	0,45 А
Время нагрева	8 минут
Ток подогрева:	
1-18 минут	0,4 А
18-21 минут	0 А

- с увеличением тока подогрева уменьшается слоистая текстурированность покрытия;

- при снижении тока подогрева до 0 А ширина столбчатых пор уменьшается до 0,5 мкм, однако их количество в покрытии увеличивается ~ в 2 раза по сравнению с предыдущим режимом подогрева;

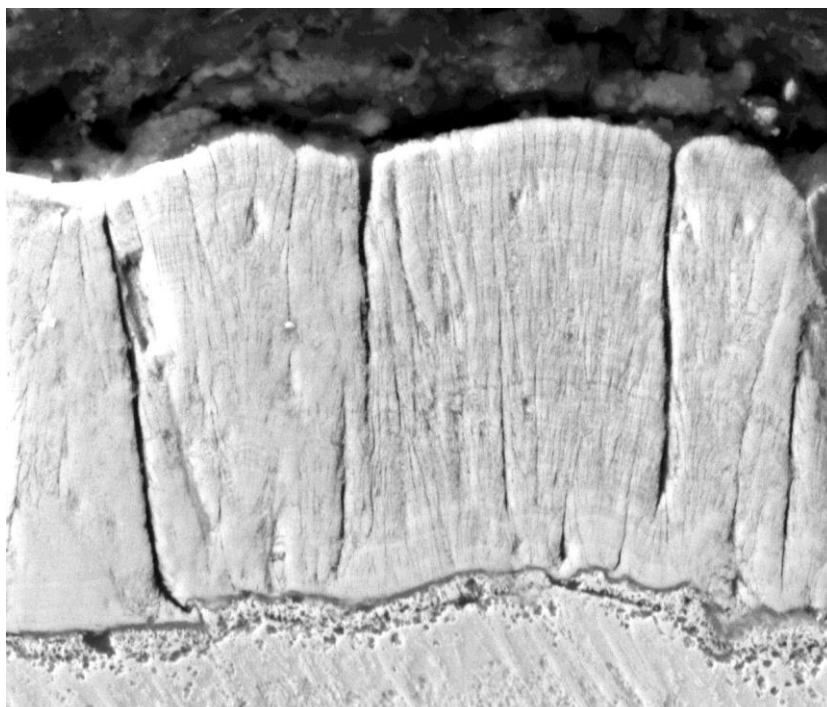


Рисунок 5.3 – Микроструктура керамического покрытия с изменяющейся температурой подогрева, $\times 5000$

- количество вертикальных пор, берущих начало от подложки, при данном режиме подогрева меньше, чем при режимах с более высокими токами подогрева поверхности (~40 % пор);

- керамическое покрытие имеет слоистую текстуру, причем наиболее выраженный слой расположен у поверхности покрытия. Если предположить, что данный слой образовался в результате изменения тока подогрева изделий, то можно определить примерную толщину покрытия, сформированного при данном токе подогрева. В данном случае при времени нанесения $\tau_1=18$ минут ток подогрева изделий составляет 0,4 А; при времени нанесения $\tau_2=3$ минуты ток подогрева изделий составляет 0 А. В ходе измерения толщины слоев, нанесенных при данных режимах подогрева, были получены следующие данные (Таблица 5.6).

Таблица 5.6 – Результаты измерений толщин слоев l_1 (время нанесения 18 мин, ток подогрева 0,4 А) и l_2 (время нанесения 3 мин, ток подогрева 0 А)

№ изм.	l_1	l_2	№ изм.	l_1	l_2
1	18,72	3,36	17	16,96	3,60
2	18,04	3,09	18	16,45	3,08
3	18,04	2,58	19	14,91	3,08
4	17,01	4,64	20	14,91	3,09
5	18,63	3,78	21	14,65	2,57
6	18,36	4,05	22	15,16	3,08
7	18,09	4,05	23	14,65	3,08
8	17,55	4,05	24	15,42	2,83
9	18,90	3,51	25	15,42	3,08
10	18,36	4,32	26	15,16	2,83
11	17,55	4,05	27	14,39	2,83
12	29,56	4,63	28	27,53	4,97
13	29,04	5,14	29	27,53	4,76
14	28,79	4,63	30	27,32	5,18
15	19,28	3,08	31	28,36	5,38
16	15,93	4,63	32	22,27	5,57
$\bar{l}_1=19,62$					
$\bar{l}_2=3,83$					

Отбраковка грубых ошибок проводилась методом сравнения расчетного критерия с табличным $t_m (P; n)$ в соответствии с доверительной вероятностью и количеством измерений. При доверительной вероятности $P=0,95$ и $n=32$ табличное значение критерия составляет $t_m=2,938$. Расчетные значения критерия Смирнова-Груббса представлены в Таблице 5.7. Как можно видеть, грубых ошибок в результатах измерений толщин слоев не наблюдается.

Таблица 5.7 – Расчетные значения критерия Смирнова-Груббса для отбраковки грубых ошибок измерения толщин слоев l_1 и l_2

№ изм.	tp_1	tp_2	№ изм.	tp_1	tp_2
1	0,21	0,60	17	0,62	0,29
2	0,37	0,94	18	0,74	0,96
3	0,37	1,59	19	1,10	0,96
4	0,61	1,03	20	1,10	0,94
5	0,23	0,07	21	1,16	1,60
6	0,30	0,28	22	1,04	0,96
7	0,36	0,28	23	1,16	0,96
8	0,48	0,28	24	0,98	1,27
9	0,17	0,41	25	0,98	0,96
10	0,30	0,62	26	1,04	1,27
11	0,48	0,28	27	1,22	1,27
12	2,32	1,02	28	1,85	1,45
13	2,20	1,66	29	1,85	1,18
14	2,14	1,02	30	1,80	1,72
15	0,08	0,96	31	2,04	1,97
16	0,86	1,02	32	1,79	2,21

В соответствии с результатами измерений, можно определить скорость роста керамического покрытия v_1 и v_2 при среднем значении толщины слоя l_1 и l_2 , нанесенном за время испарения τ_1 и τ_2 :

$$v_1 = \frac{l_1}{\tau_1} = \frac{19,62}{18} = 1,09 \text{ мкм/с};$$

$$v_2 = \frac{l_{21}}{\tau_2} = \frac{3,83}{3} = 1,28 \text{ мкм/с}.$$

5.2 Влияние скорости вращения штока на микроструктуру покрытия

В процессе нанесения покрытия детали крепятся в специальную оснастку, которая соединена с штоком. Шток соединен с приводом, который обеспечивает вращение последнего вместе с деталями над испаряемым керамическим материалом. Изменяя скорость вращения штока, изменяется как время, проведенное в облаке паровой фазы, так и температура поверхности ложки (в начальный момент времени) и формируемого покрытия.

Параметры нанесения покрытий проводимом эксперименте указаны в Таблице 5.8.

Таблица 5.8 – Режимы нанесения покрытий

Параметры нанесения	Образец 1	Образец 2
Скорость вращения штока, об/мин	3	20
Ток нагрева изделий, А	0,55	0,55
Время нагрева изделий, мин	8	8
Ток испарения керамического штабика, А	1	1
Время испарения керамического штабика, мин	40	40
Ток подогрева изделий, А	0,40	0,40

Образец 1

Микроструктура покрытия представлена на Рисунке 5.4. От поверхности подложки формируется зона со слоистой текстурой толщиной ~15 мкм. Толщина слоев в данной зоне увеличивается по мере роста общей толщины покрытия и на границе рассматриваемой зоны составляет ~0,5 мкм. При дальнейшем формировании покрытия толщина данных слоев увеличивается до ~0,85 мкм. Сочетание столбчатой структуры, характерной для электронно-лучевого осаждения покрытий в вакууме, и слоистой текстуры при низкой скорости

вращения штока дает псевдозернистую микроструктуру керамического покрытия. В верхней части покрытия наблюдаются закрытые вертикальные поры. Открытая вертикальная пористость проявляется в значительно меньшей степени.

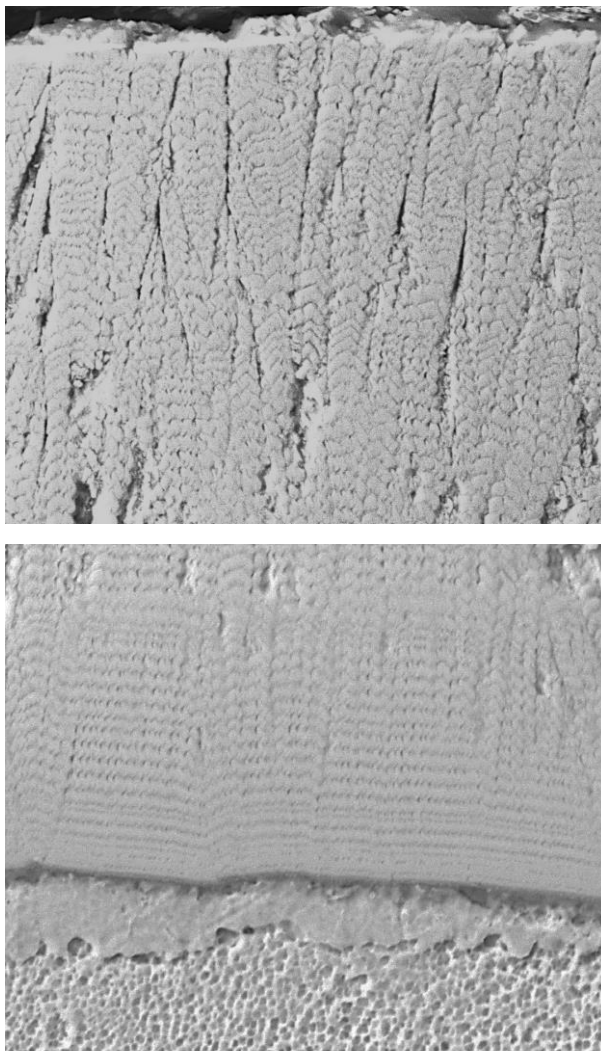


Рисунок 5.4 – Микроструктура покрытия со слоистой текстурой при скорости вращения штока 3 об./мин, $\times 10000$.

Образец 2

Микроструктура покрытия представлена на Рисунке 5.5. Покрытие имеет плотную столбчатую микроструктуру и состоит из сегментов, разделенных друг от друга сквозными вертикальными порами толщиной до 1 мкм. Соотношение открытых и закрытых пор в покрытии составляет 1:1.

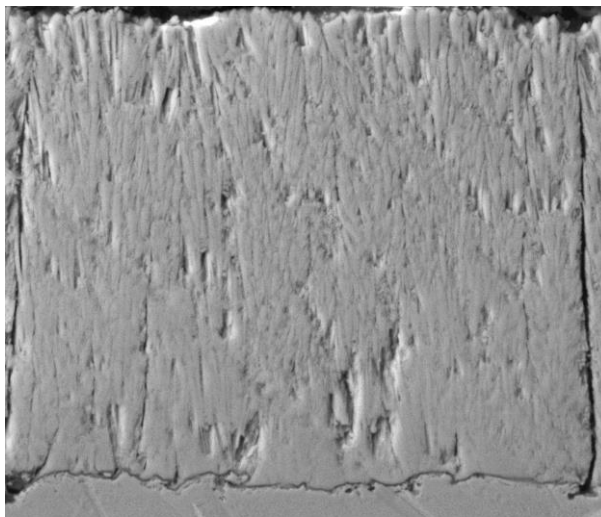


Рисунок 5.5 – Микроструктура покрытия при скорости вращения штока
20 об./мин, $\times 3000$

5.3 Оценка комплексного влияния тока подогрева изделий и скорости вращения штока на микроструктуру покрытий

Для оценки совместного влияния таких факторов нанесения, как ток подогрева изделий и скорость вращения штока, были исследованы образцы покрытий с режимами нанесения, указанными в Таблице 5.9.

Таблица 5.9 – Режимы нанесения покрытий для оценки совместного влияния тока подогрева и скорости вращения штока

Время процесса, мин.	Ток нагрева изделий, А	Ток подогрева изделий, А	Ток испарения керамического штабика, А	Скорость вращения штока, об./мин.
Образец 1				
от 0 до 6	0,55	-	-	12
от 6 до 11	-	0,40	1,00	20

Окончание таблицы 5.9:

от 11 до 21	-	0,40	1,00	12
от 21 до 26	-	0,00	1,00	12
Образец 2				
от 0 до 6	0,55	-	-	12
от 6 до 11	-	0,40	1,00	20
от 11 до 21	-	0,40	1,00	12
от 21 до 26	-	0,40	1,00	20

Образец 1

Микроструктура покрытия представлена на Рисунке 5.6. На расстоянии ~ 7 мкм от поверхности материала образца наблюдается плотная структура керамического слоя ввиду высокой температуры поверхности подложки. В дальнейшем в связи со снижением температуры осаждения формируется столбчатая сегментированная структура с плотноупакованными кристаллитами внутри сегментов. Внутри кристаллитов обнаружена дендритная структура. Общая толщина покрытия составляет 48 мкм.

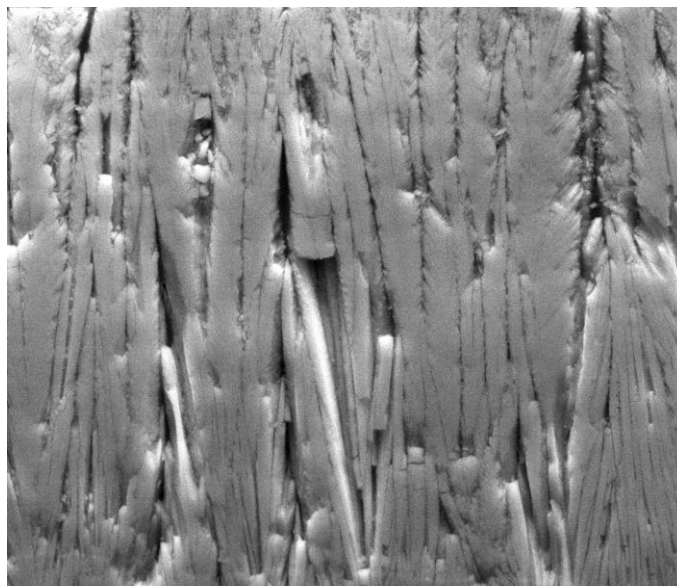


Рисунок 5.6 – Микроструктура покрытия с дендритной структурой кристаллитов, $\times 5000$.

Образец 2

Микроструктура покрытия представлена на Рисунке 5.7. На расстоянии ~ 7 мкм от поверхности подложки наблюдается плотная структура керамического слоя ввиду высокой температуры поверхности подложки. В дальнейшем в связи со снижением температуры осаждения формируется столбчатая структура с плотноупакованными прямыми кристаллитами. Внутри кристаллитов обнаружена дендритная структура. Размер межкристаллитных пор не превышает 0,8 мкм. Общая толщина покрытия составляет 39,5 мкм.

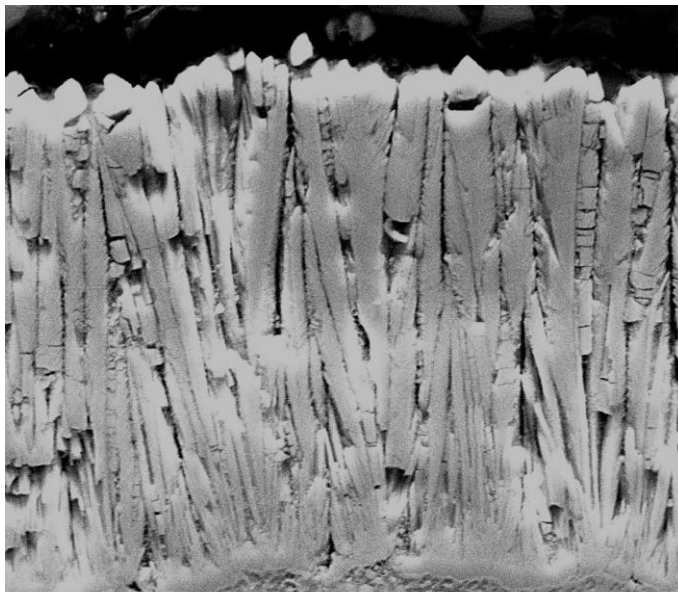


Рисунок 5.7 – Микроструктура покрытия с прямыми кристаллитами, $\times 5000$

5.4 Влияние расположения деталей в камере на микроструктуру покрытий

Все работы, описанные в данной главе, были проведены на прямоугольных цилиндрических образцах, закреплённых на оснастке контактной сваркой, при этом исследовалась только та поверхность образцов с покрытием, направленная к потоку испаряемого вещества. Однако в рамках производства керамическое покрытие наносится на рабочие лопатки – детали сложной геометрической формы. Геометрическая форма деталей играет важную роль в формировании структуры покрытий из-за упомянутого ранее эффекта затенения и

неоднородности прогрева поверхности лопаток в процессе нанесения покрытий. Причем если прогрев относится к технологическим параметрам электронно-лучевой установки, которым можно управлять, то затенение представляет собой конструктивную особенность самих лопаток и оснастки, в которой эти лопатки расположены. С целью установления влияния пространственного расположения лопаток на получаемую микроструктуру керамических покрытий были исследованы несколько вариантов конструкций оснасток.

Оснастка, используемая в серийной технологии

Схема оснастки, используемой в серийном производстве, представлена на Рисунке 5.8. Оснастка представляет собой цилиндр, на который приварены лопатки контактной сваркой через шпильки. Оснастка фиксируется на штоке установки через хвостовик. Вращение лопаток вокруг своей оси не предусмотрено. Видно, что лопатки перекрывают друг друга, создавая преграды для потока испаряемой керамики. Микроструктура керамического покрытия на лопатке, полученной по серийной технологии, контролировалась в пяти участках (Рисунок 5.9).

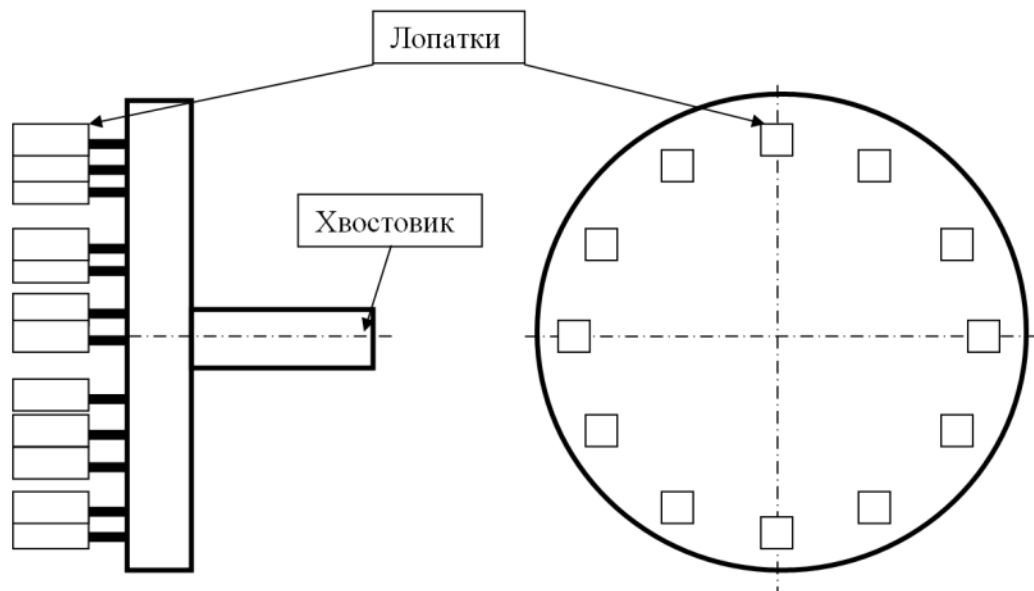


Рисунок 5.8 – Схема расположения лопаток в оснастке по серийной технологии

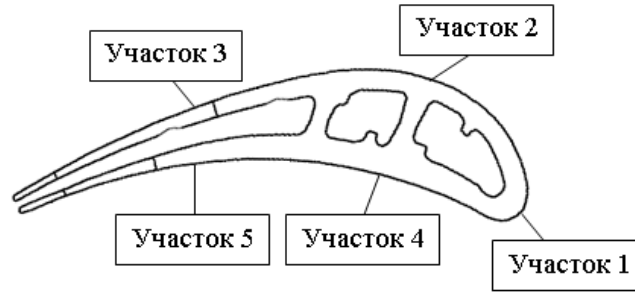


Рисунок 5.9 – Контролируемые зоны на лопатке
 Осмотром микроструктуры установлено (Рисунок 5.10):

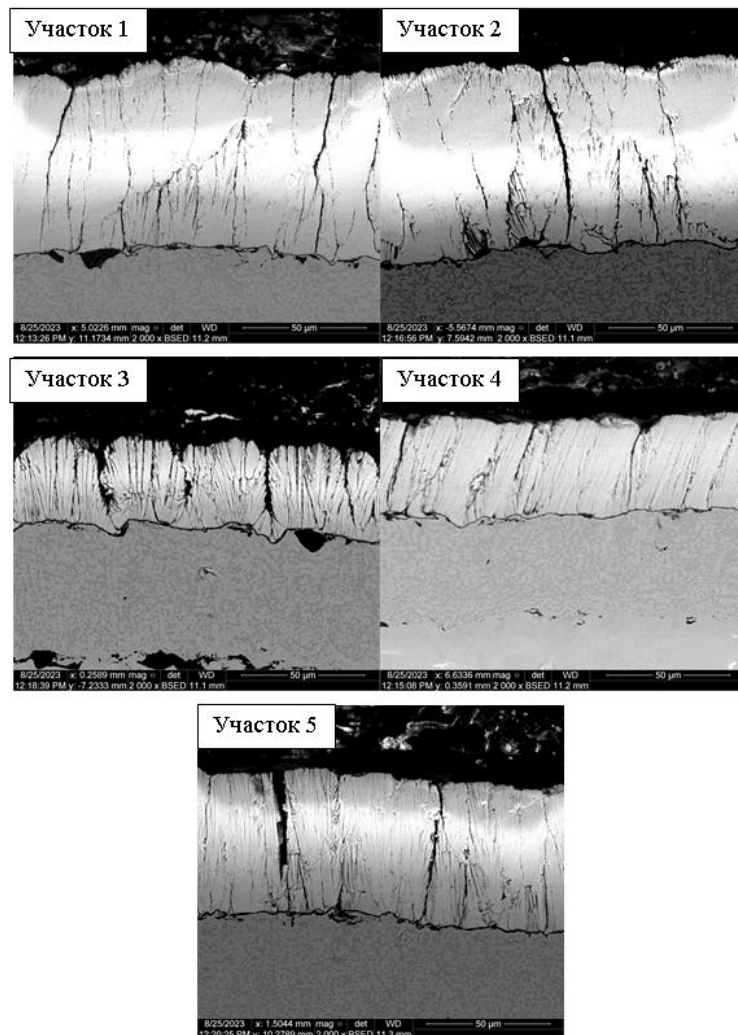


Рисунок 5.10 – Микроструктура керамического покрытия, изготовленного по серийной технологии, $\times 2000$

- форма кристаллов на участках 1 (входная кромка) и 2 (спинка со стороны входной кромки) идентична. Кристаллы объединены в кластеры шириной 20...30 мкм, разделенные сквозными порами шириной 0,3...0,5 мкм. Ширина кристаллов составляет 1...2 мкм;

- на участке 3 (спинка со стороны выходной кромки) покрытие также разделено на кластеры шириной 27...32 мкм сквозными порами шириной 1,6...2,6 мкм. Внутри кластеров прослеживаются столбчатые кристаллы шириной 1,5...2,5 мкм;

-на участке 4 (корыто со стороны входной кромки) ширина кластеров составляет 43...50 мкм, сквозные поры между кластерами шириной 0,2...0,5 мкм. Кристаллы внутри кластеров шириной 0,1...0,4 мкм ориентированы под углом 20° относительно нормали;

- на участке 5 (корыто со стороны выходной кромки) кластеры шириной 22...40 мкм разделены сквозными порами шириной 1,6...4,5 мкм. Ширина кристаллов внутри кластеров составляет 0,2...0,5 мкм.

Оснастка, с одной лопаткой, расположенной на оси вращения штока

Для исключения влияния затенения и неравномерности прогрева поверхности была изготовлена оснастка, в которой лопатка была зафиксирована в оснастке, ось вращения которой совпадала с осью вращения штока. Использование такого типа оснастки решало сразу несколько проблем нанесения покрытий, описанных в Главе 3, а именно:

- разнотолщинность – постоянное расположение лопатки в потоке испаряемого вещества;

- сегментация – равномерный прогрев и подогрев поверхности лопатки в процессе нанесения;

- выплески керамического покрытия – новая оснастка не перекрывает заслонки над тиглем с испаряемым веществом, что позволяет полноценное их использование при нагреве керамического слитка.

Осмотром микроструктуры установлено (Рисунок 5.11):

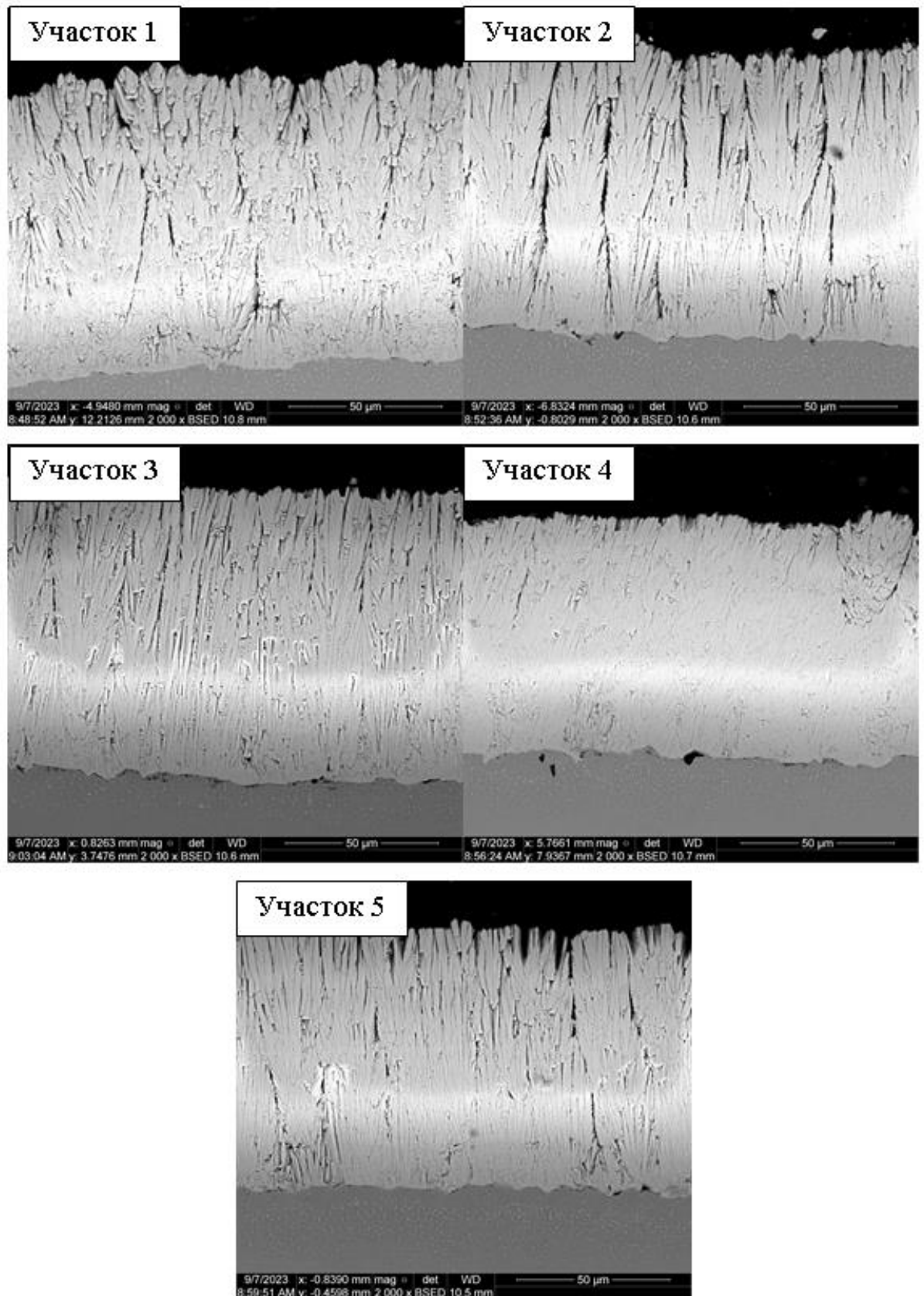


Рисунок 5.11 – Микроструктура керамического покрытия, изготовленного по технологии одной лопатки на штоке, $\times 2000$

- на участках 1 (входная кромка) и 2 (спинка со стороны входной кромки) кристаллы объединены в кластеры шириной 15...25 мкм, разделенные порами шириной 0,7...0,9 мкм. Примечателен тот факт, что поры между кластерами несквозные. Ширина кристаллов составляет 1...2 мкм;

- на участке 3 (спинка со стороны выходной кромки) покрытие также разделено на кластеры шириной 20...25 мкм сквозными порами шириной 0,6... 1,2 мкм. Внутри кластеров прослеживаются столбчатые кристаллы шириной 0,7...1,7 мкм;

-на участке 4 (корыто со стороны входной кромки) кластеры не прослеживаются ввиду плотного расположения кристаллов. Поры отсутствуют, кристаллы шириной 0,7...1,2 мкм ориентированы под углом 20° относительно нормали;

- на участке 5 (корыто со стороны выходной кромки) кластеры шириной 18...35 мкм разделены порами шириной 0,5...1 мкм. Ширина кристаллов внутри кластеров составляет 0,8...1,2 мкм.

5.5 Разработка математической модели влияния параметров нанесения на толщину покрытий, сформированных электронно-лучевым осаждением в вакууме

Электронно-лучевое осаждение покрытий – сложный процесс, включающий в себя множество факторов, влияющих на качество покрытий. Основная часть факторов связана с технологическими параметрами установки для нанесения покрытий. В случае электронно-лучевой установки к таким параметрам относятся:

1. ток подогрева изделий;
2. время подогрева изделий;
3. время испарения напыляемого материала;
4. ток испарения напыляемого материала.

Для оценки степени влияния технологических параметров установки на толщину покрытий, были проанализированы экспериментальные данные процессов напыления теплозащитных покрытий из керамического материала $ZrO_2-8\% Y_2O_3$, которые представлены в Таблице 5.10. Интервалы изменения параметров указаны в таблице 5.11.

Таблица 5.10 – Экспериментальные значения параметров напыления теплозащитных покрытий

Ток подогрева I_n , А	Время подогрева τ_n , мин	Ток испарения I_n , А	Время испарения τ_n , мин	Толщина покрытия δ , мкм
0,50	10,00	1,02	20,00	32,48
0,55	10,00	1,02	18,00	36,16
0,55	10,00	1,02	19,00	30,57
0,57	8,00	0,96	17,00	22,58
0,58	8,00	0,96	16,00	21,84
0,60	11,00	1,00	18,00	31,23
0,62	12,00	1,00	20,00	26,52
0,60	8,00	1,00	20,00	25,03
0,55	8,00	1,02	18,00	25,55
0,60	13,00	0,96	16,00	23,17
0,60	13,00	1,00	17,00	18,35
0,60	12,00	0,99	22,00	21,81
0,60	13,00	1,00	20,00	21,70
0,58	8,00	0,96	36,00	46,78
0,62	9,00	1,02	37,00	46,05
0,63	10,00	1,01	37,00	47,06

Окончание таблицы 5.10:

0,63	10,00	1,02	39,00	44,79
0,65	14,00	1,00	43,00	45,78
0,68	9,00	1,02	40,00	50,05
0,59	8,00	1,01	40,00	48,97

Таблица 5.11 – Интервалы изменения параметров

Характеристика	Обозначение	I_n , А	τ_n , МИН	I_n , А	τ_n , МИН
Основной уровень	X0	0,59±0,90	0,11±0,30	0,99±0,30	29,5±13,50
Интервал варьирования	±ΔX	0,90	0,30	0,30	13,50
Верхний уровень	+	0,68	14,00	1,02	43,00
Нижний уровень	-	0,50	8,00	0,96	16,00

Для установления существования значимых связей между током нагрева подложки I_n , временем нагрева подложки τ_n , током подогрева подложки I_n , временем нанесения τ_n и толщиной покрытий δ был проведен с помощью прикладного пакета STATISTICA корреляционный анализ. Матрица парных корреляций при доверительной вероятности $P=0,95$ представлена в таблице 5.12.

Таблица 5.12 – Матрица парных корреляций между параметрами, описывающими зависимость толщины покрытий

Параметры	I_n	τ_n	I_n	τ_n	δ
I_n	1,00	0,28	0,00	0,47	0,59
τ_n	0,28	1,00	-0,09	-0,01	-0,69
I_n	0,00	-0,09	1,00	0,38	0,50
τ_n	0,47	-0,01	0,38	1,00	0,73
Δ	0,59	-0,69	0,50	0,73	1,00

Анализ показал, что параметры I_n , I_n , τ_n и τ_n являются значимыми. Получение регрессионной модели также было проведено с помощью пакета STATISTICA. Численные значения коэффициентов находились методами регрессионного анализа при условии минимизации средних квадратичных отклонений. Были рассмотрены несколько видов математической модели, но по значениям коэффициентов корреляции и детерминации наиболее удовлетворительной являлась линейная зависимость вида:

$$\delta = -19,6 - 40 \cdot I_n - 0,65 \cdot \tau_n + 56,73 \cdot I_n + 1,06 \cdot \tau_n \quad (R=0,90; R^2=0,81)$$

Для оценки адекватности полученной модели было проведено сравнение между экспериментальными и расчетными значениями толщины покрытия δ (Таблица 5.13):

Таблица 5.13 – Сравнение расчетных и экспериментальных данных по определению толщины теплозащитного покрытия

№ измерения	$\delta_{\text{эксп.}}$, МКМ	$\delta_{\text{расч.}}$, МКМ	Δ , %
1	32,48	31,83	2,00
2	36,16	28,84	20,23
3	30,57	29,90	2,18
4	22,58	24,88	10,19
5	21,84	23,42	7,24
6	31,23	25,06	19,76
7	26,52	25,73	2,98
8	25,03	29,13	16,38
9	25,55	30,14	17,98
10	23,17	19,37	16,40
11	18,35	22,70	23,71
12	21,81	28,08	28,76
13	21,70	25,88	19,26

Окончание таблицы 5.13:

14	46,78	44,62	4,62
15	46,05	46,83	1,70
16	47,06	45,22	3,92
17	44,79	47,90	6,95
18	45,78	47,61	4,00
19	50,05	47,61	4,87
20	48,97	51,30	4,75

Среднее значение относительной погрешности составляет 10,9 %, что является допустимым в условиях нанесения теплозащитных покрытий на изделия сложной геометрии типа "рабочая лопатка".

Таким образом, проведенные исследования позволили предложить расчетную модель, позволяющую управлять толщиной теплозащитного покрытия путем задания технологических параметров нанесения в электронно-лучевой установке для нанесения покрытий.

5.6 Выводы по Главе 5

1. Осуществление вращения лопаток вокруг собственной оси при напылении является самым оптимальным вариантом для получения удовлетворительного состояния столбчатой микроструктуры керамических покрытий в условиях серийного производства.

2. Вращение лопаток вокруг собственной оси в процессе напыления является способом получения равномерного покрытия.

3. Использование большой оснастки для увеличения количества напыляемых лопаток в садке ограничивает стабильность процесса нанесения керамического покрытия в электронно-лучевой установке.

4. Задание технологических параметров нанесения в электронно-лучевой установке для нанесения покрытий позволило предложить расчетную модель, позволяющую управлять толщиной теплозащитного покрытия.

ГЛАВА 6. ТЕХНОЛОГИИ УЛУЧШЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ, НАНЕСЕННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ ИСПАРЕНИЕМ В ВАКУУМЕ

6.1 Недостатки стандартной технологии нанесения теплозащитных покрытий

При эксплуатации теплозащитных покрытий, состоящих из внешнего теплоизоляционного керамического слоя $ZrO_2-Y_2O_3$ и внутреннего жаростойкого металлического подслоя $Ni(Co)CrAlY$, на границе этих слоев вследствие диффузии кислорода через керамику происходит окисление металлического слоя. Окисленный слой часто имеет сложное строение и состав, особенно на ранних стадиях окисления. Это объясняется многофазовым строением жаростойкого покрытия $Ni(Co)CrAlY$, которое в основном состоит из $\gamma-Ni$, $\beta-NiAl$, $\gamma'-Ni_3Al$, а также $\alpha-Cr$ и $\sigma-CoCr$. При термической обработке каждая фаза образует свой тип оксидов. Проращение таких оксидов в стабильную пленку $\alpha-Al_2O_3$, защищающую сплав от окисления, может привести к возникновению напряжений и образованию трещин.

При формировании оксидной пленки на поверхности металлического подслоя появляются зоны, обедненные алюминием, при этом происходит трансформация жаростойкой фазы $NiAl$ в Ni_3Al . Более того, алюминий, имея высокое сродство к кислороду, в жаростойком покрытии системы $Ni(Co)CrAlY$ окисляется одним из первых. При этом, одновременно с диффузией на поверхность покрытия, происходит диффузия алюминия внутрь защищаемого материала. Таким образом, количества алюминия в покрытии, необходимого для образования фазы $\beta-NiAl$ и обеспечения высокой жаростойкости, становится недостаточно.

Для сравнительного анализа с системами покрытий, разрабатываемых в рамках данной работы, на прямоугольные образцы из материалов марок ЧС88У-

ВИ и СЛЖС5-ВИ нанесена стандартная система покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃. Микроструктура покрытий представлена на Рисунке 6.1.

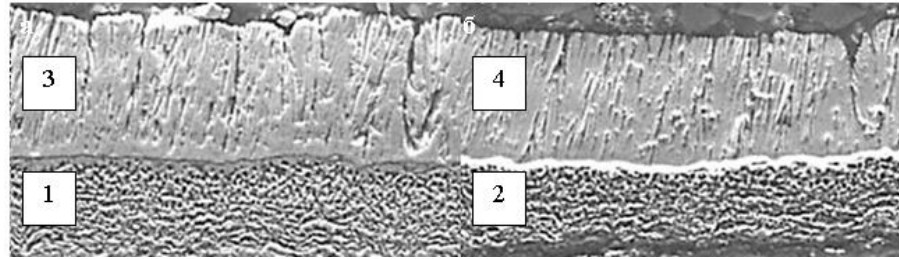


Рисунок 6.1 – Микроструктура системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ (× 1 000): а – сплав марки ЧС88У-ВИ; б – сплав марки СЛЖС5-ВИ; 1, 2 – слой Ni–Co–Cr–Al–Y; 3, 4 – слой ZrO₂–Y₂O₃

6.2 Многослойные теплозащитные покрытия, полученные электронно-лучевым методом

6.2.1 Описание технологии

Известно, с увеличением толщины покрытия растут и внутренние напряжения, которые в дальнейшем влияют на разрушение покрытия. Так, например, авторами работы [76] представлена зависимость напряжений от толщины покрытия (Рисунок 6.2):

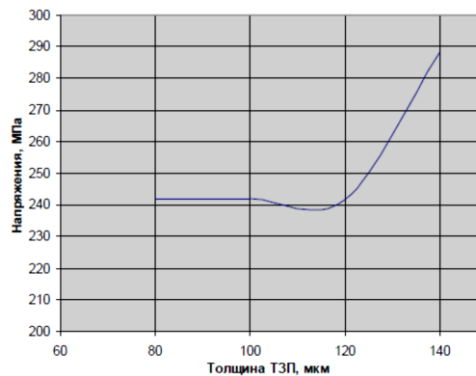


Рисунок 6.2 – Зависимость максимальных изгибных напряжений в теплозащитных покрытиях лопаток от толщины покрытия

Основными причинами разрушения теплозащитных покрытий при эксплуатации являются:

- рост внутренних напряжений в толстых покрытиях;
- несоответствие коэффициентов теплового расширения керамического и металлического слоев;
- окисление металлического жаростойкого слоя и образование оксидной пленки между керамическим и металлическим слоями.

Для решения этих проблем была предложена технология "циклической работы пушек" при нанесении теплозащитных покрытий электронно-лучевым испарением с конденсацией в вакууме. Суть технологии заключалась в том, что между металлическим жаростойким подслоем и керамическим теплоизоляционным слоем была введена дополнительная система чередующихся слоев "металл – керамика" (Рисунок 6.3). Предполагалось, что данная система за счет чередования тонких слоев снизит термические напряжения при работе покрытия в области высоких температур и таким образом увеличит срок эксплуатации теплозащитного покрытия. Толщина микрослоев представлена в Таблице 6.1.

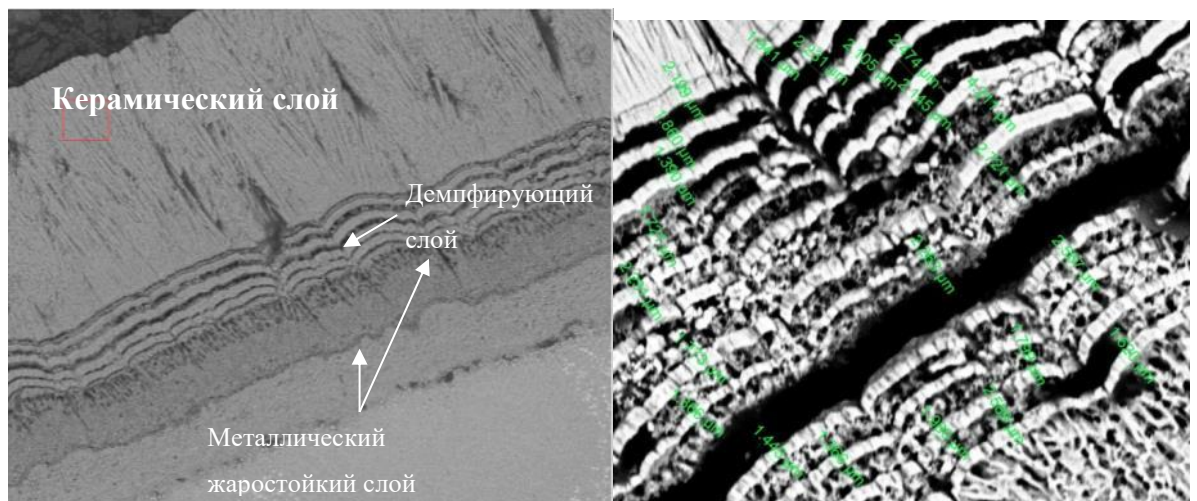


Рисунок 6.3 – Микроструктура экспериментального покрытия


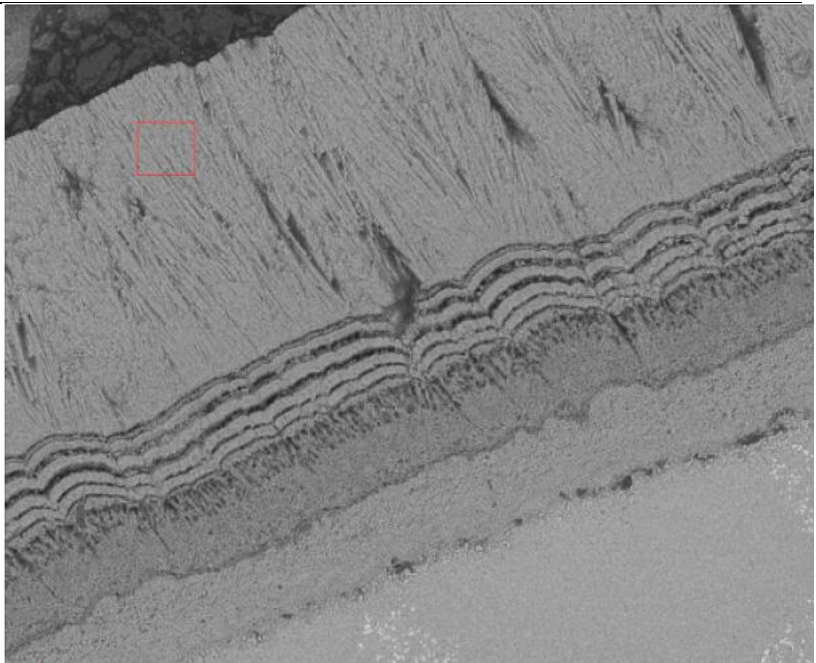
Таблица 6.1 – Толщина микрослоев демпфирующего слоя

Слой	Толщина слоя, мкм									
	Металл. слой	1,94	2,23	2,10	2,47	2,14	4,21	2,72	2,56	1,79
Керам. слой	2,19	1,86	1,39	1,72	2,23	1,77	1,36	1,44	1,36	1,98


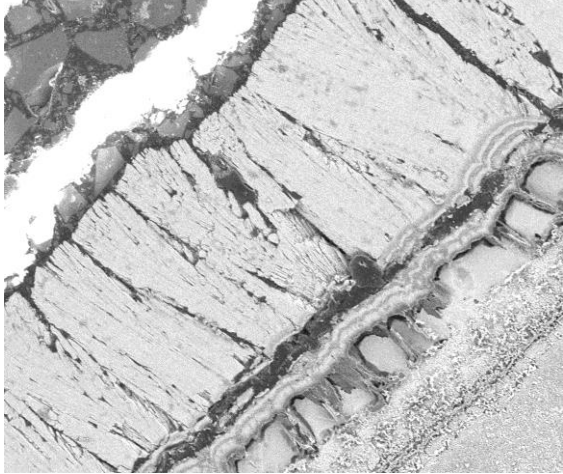

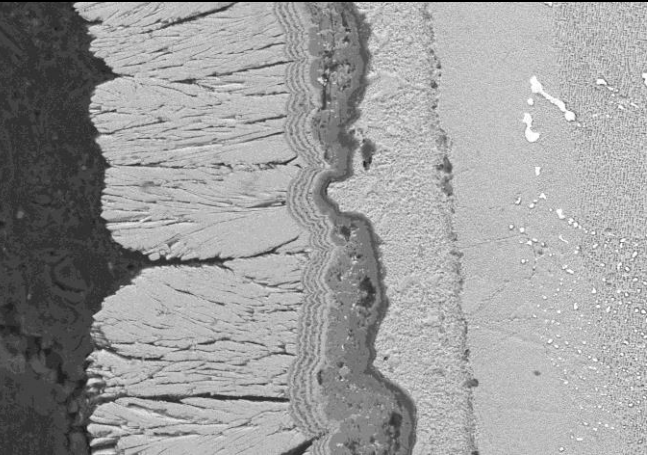

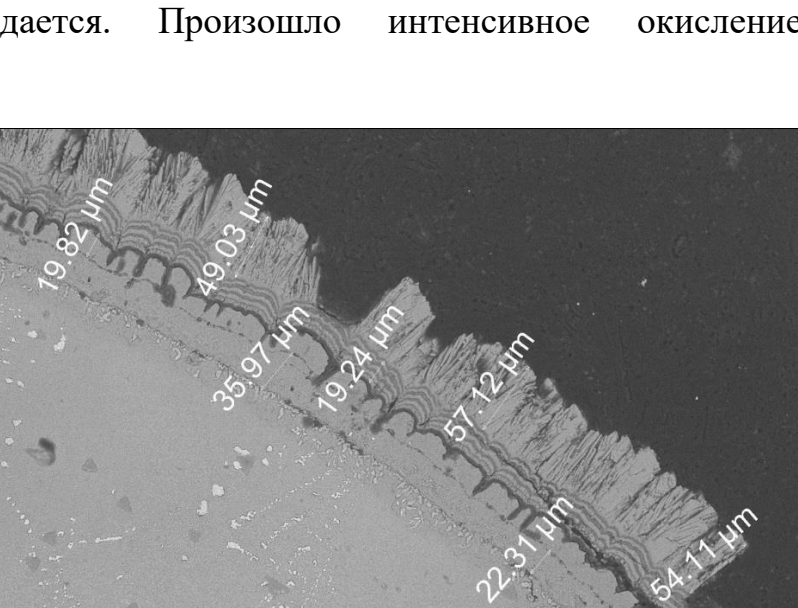
6.2.2 Проведение испытаний

Для определения термостабильности данной системы были проведены изотермические испытания. Результаты испытаний представлены в Таблице 6.2.

Таблица 6.2 – Результаты высокотемпературных испытаний исследуемого покрытия

До испытаний		
	Трещин и отслоений покрытия не обнаружено	

Продолжение таблицы 6.2:

<p>T=1200 °C, τ=1 ч, N=5 циклов</p>		 <p>Отслоилось более 40 % покрытия. Отслоение произошло по демпфирующему слою. Металлический подслоя частично окислен</p>
<p>T=1100 °C, τ=23 ч, N=1 цикл</p>		 <p>Отслоения не наблюдается. Произошло интенсивное окисление металлического подслоя</p>
<p>T=1150 °C, τ=23 ч, N=1 цикл</p>		

Окончание таблицы 6.2:

Отслоилось более 40 % покрытия. Отслоение произошло по демпфирующему слою. Металлический подслои частично окислен	
<p>$T=1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau=23\text{ ч}$, N=1 цикл</p>	
Отслоилось более 40 % покрытия. На оставшихся фрагментах керамического покрытия обнаружены вспучивания. Отслоение покрытия произошло по демпфирующему слою. Верхний металлический подслои окислен на всю толщину.	

Микроструктура и химический состав окисленных зон покрытия представлен на Рисунке 6.4 и в Таблице 6.3.

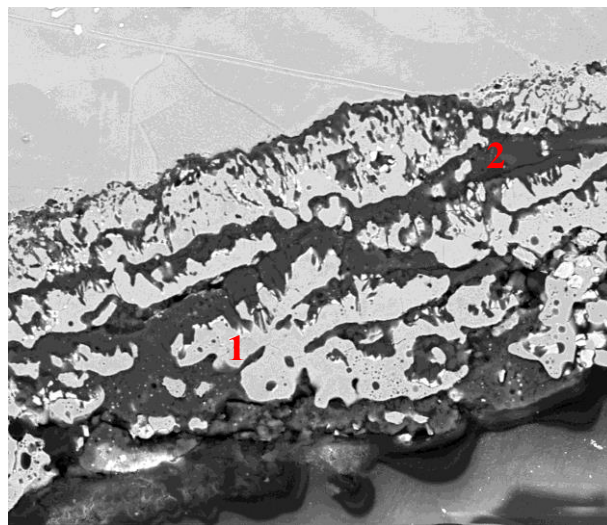


Рисунок 6.4 – Окисленные участки экспериментального покрытия, $\times 5000$

Таблица 6.3 – Химический состав демпфирующего слоя покрытия

№ зоны	Хим. Состав, %								
	O	Ni	Cr	Co	Al	W	Y	Hf	Ta
1	3,23	59,64	1,65	8,44	0,58	15,66	0,63	0,87	9,30
2	53,78	-	-	-	46,22	-	-	-	-

6.2.3 Выводы по результатам исследований

1. Использование технологии "циклической работы пушек" показало негативные результаты при проведении высокотемпературных испытаний. Это объясняется окислением металлических микрослоев в демпфирующем слое покрытия. При окислении образуется комплексный оксид типа "шпинель", обладающий повышенной хрупкостью.

2. В качестве альтернативного материала демпфирующего слоя вместо керамического покрытия $ZrO_2-Y_2O_3$ следует использовать металлические материалы, обладающие схожим значением коэффициента теплового расширения, что и материал подложки.

6.3. Электронно-лучевые покрытия с промежуточным слоем алюминия между керамическим и металлическим слоями

6.3.1 Описание технологии

На поверхность металлического жаростойкого подслоя был нанесен тонкий слой чистого алюминия (99,8 % Al), после чего было нанесено теплоизоляционное керамическое покрытие $ZrO_2-Y_2O_3$. Внешний вид, микроструктура и химический состав системы покрытий представлены на Рисунке 6.5. При внешнем осмотре трещин и отслоений покрытия не обнаружено. Внутри покрытия присутствуют

сквозные вертикальные поры. На поверхности металлического покрытия выявлен окисленный слой на основе Al_2O_3 толщиной до 2 мкм.

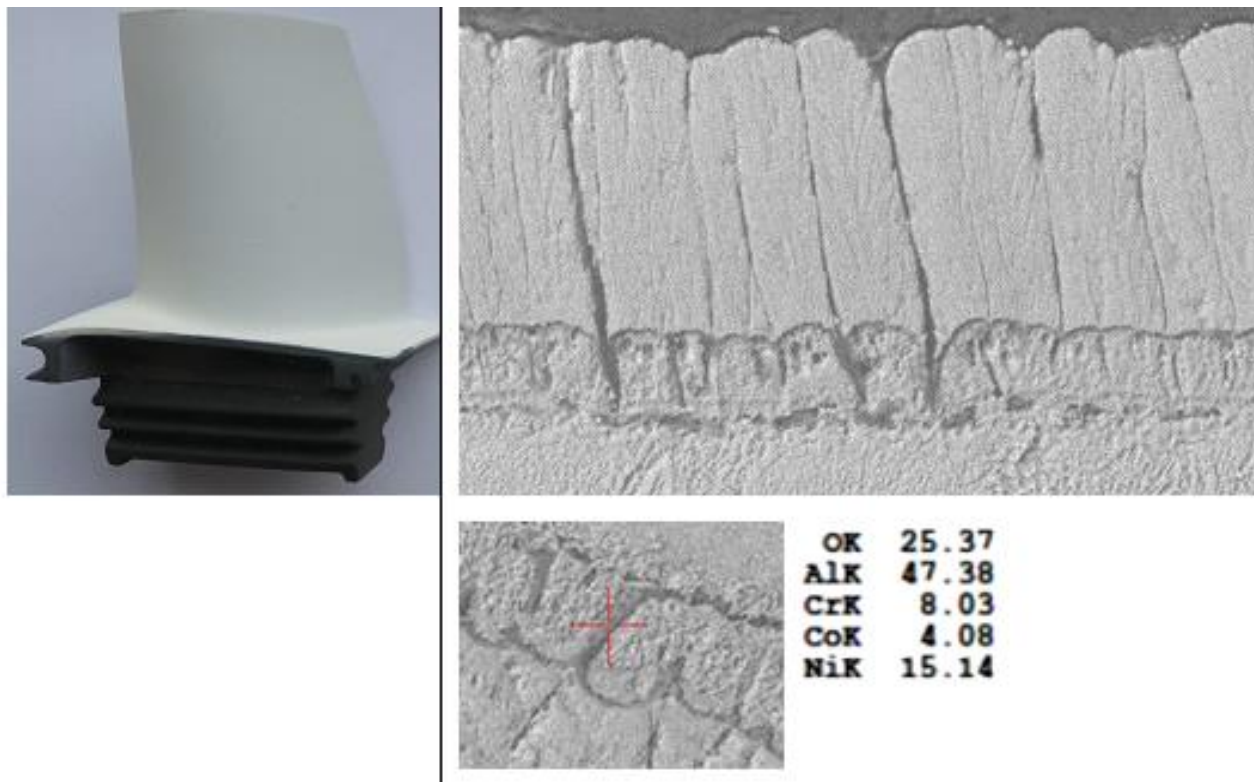



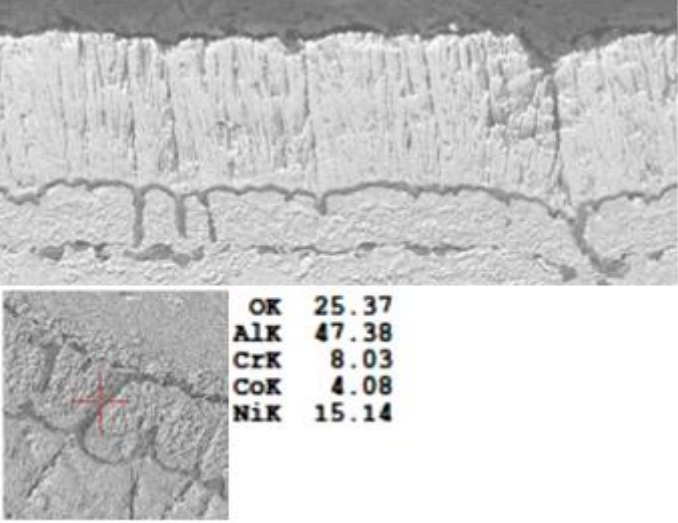

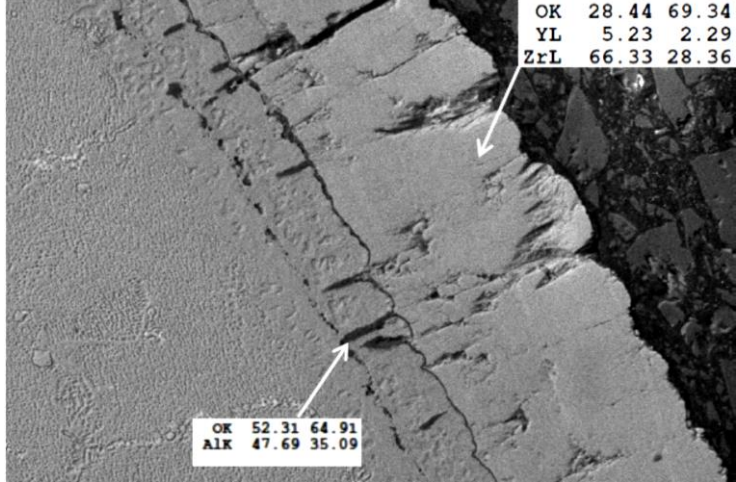
Рисунок 6.5 – Внешний вид, микроструктура и химический состав экспериментального покрытия

6.3.2 Проведение испытаний

Для определения термостойкости системы данного теплозащитного покрытия были проведены термоциклические и изотермические испытания (T - температура испытаний, τ - время выдержки, N - количество циклов). Внешний вид образцов до и после испытаний представлен в Таблице 6.4.

Для сравнительного анализа был испытан образец с керамическим покрытием, нанесенным электронно-лучевым методом и металлическим жаростойким подслоем, нанесенным ионно-плазменным методом.

Таблица 6.4 – Результаты испытаний по определению термостойкости

Т=950 °С, $\tau=1$ ч, N=503 цикла		 <table border="1" data-bbox="938 613 1107 748"> <tr><td>OK</td><td>25.37</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>47.38</td></tr> <tr><td>CrK</td><td>8.03</td></tr> <tr><td>CoK</td><td>4.08</td></tr> <tr><td>NiK</td><td>15.14</td></tr> </table>	OK	25.37	AlK	47.38	CrK	8.03	CoK	4.08	NiK	15.14					
OK	25.37																
AlK	47.38																
CrK	8.03																
CoK	4.08																
NiK	15.14																
<p>При внешнем осмотре трещин и отслоений покрытия не обнаружено. На границе раздела «керамический слой – металлическое покрытие» обнаружен окисный слой толщиной ~3 мкм. Наблюдаются локальные участки окисления поверхности металлического подслоя глубиной до 10 мкм, а также участки сквозного окисления металлического подслоя до основного материала.</p>																	
Т=1100 °С, $\tau=1$ ч, N=500 циклов		 <table border="1" data-bbox="1193 1263 1410 1330"> <tr><td>OK</td><td>28.44</td><td>69.34</td></tr> <tr><td>YL</td><td>5.23</td><td>2.29</td></tr> <tr><td>ZrL</td><td>66.33</td><td>28.36</td></tr> </table> <table border="1" data-bbox="868 1680 1031 1720"> <tr><td>OK</td><td>52.31</td><td>64.91</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>47.69</td><td>35.09</td></tr> </table>	OK	28.44	69.34	YL	5.23	2.29	ZrL	66.33	28.36	OK	52.31	64.91	AlK	47.69	35.09
OK	28.44	69.34															
YL	5.23	2.29															
ZrL	66.33	28.36															
OK	52.31	64.91															
AlK	47.69	35.09															
<p>Отслоение покрытия составляет ~2 %. Между керамическим покрытием и металлическим подслоем виден слой оксида алюминия толщиной не более 3 мкм. Также наблюдаются участки сквозного окисления металлического подслоя.</p>																	

Продолжение таблицы 6.4:

T=1200 °C, τ=1 ч, N=20 циклов		 <table border="1" data-bbox="1118 264 1342 450"> <tr><td>OK</td><td>17.23</td><td>41.33</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>6.34</td><td>9.01</td></tr> <tr><td>WM</td><td>4.88</td><td>1.02</td></tr> <tr><td>YL</td><td>0.78</td><td>0.34</td></tr> <tr><td>MoL</td><td>1.60</td><td>0.64</td></tr> <tr><td>CrK</td><td>29.28</td><td>21.61</td></tr> <tr><td>CoK</td><td>9.27</td><td>6.04</td></tr> <tr><td>NiK</td><td>30.63</td><td>20.02</td></tr> </table> <table border="1" data-bbox="767 510 959 562"> <tr><td>OK</td><td>52.31</td><td>64.91</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>47.69</td><td>35.05</td></tr> </table> <table border="1" data-bbox="1270 510 1493 689"> <tr><td>AlK</td><td>8.38</td><td>17.10</td></tr> <tr><td>YL</td><td>0.85</td><td>0.53</td></tr> <tr><td>MoL</td><td>1.86</td><td>1.06</td></tr> <tr><td>TiK</td><td>2.39</td><td>2.74</td></tr> <tr><td>CrK</td><td>14.11</td><td>14.94</td></tr> <tr><td>CoK</td><td>9.13</td><td>8.53</td></tr> <tr><td>NiK</td><td>56.70</td><td>53.14</td></tr> <tr><td>WL</td><td>6.57</td><td>1.97</td></tr> </table>	OK	17.23	41.33	AlK	6.34	9.01	WM	4.88	1.02	YL	0.78	0.34	MoL	1.60	0.64	CrK	29.28	21.61	CoK	9.27	6.04	NiK	30.63	20.02	OK	52.31	64.91	AlK	47.69	35.05	AlK	8.38	17.10	YL	0.85	0.53	MoL	1.86	1.06	TiK	2.39	2.74	CrK	14.11	14.94	CoK	9.13	8.53	NiK	56.70	53.14	WL	6.57	1.97
OK	17.23	41.33																																																						
AlK	6.34	9.01																																																						
WM	4.88	1.02																																																						
YL	0.78	0.34																																																						
MoL	1.60	0.64																																																						
CrK	29.28	21.61																																																						
CoK	9.27	6.04																																																						
NiK	30.63	20.02																																																						
OK	52.31	64.91																																																						
AlK	47.69	35.05																																																						
AlK	8.38	17.10																																																						
YL	0.85	0.53																																																						
MoL	1.86	1.06																																																						
TiK	2.39	2.74																																																						
CrK	14.11	14.94																																																						
CoK	9.13	8.53																																																						
NiK	56.70	53.14																																																						
WL	6.57	1.97																																																						
40 % отслоения покрытия. На поверхности раздела «материал образца – металлический подслой» обнаружены включения, образовавшиеся в результате окисления металлического подслоя и материала образца.																																																								
При внешнем осмотре трещин и отслоений покрытия не обнаружено. На границе раздела «керамический слой – металлическое покрытие» обнаружен окисный слой толщиной ~3 мкм. Наблюдаются локальные участки окисления поверхности металлического подслоя глубиной до 10 мкм, а также участки сквозного окисления металлического подслоя до основного материала.																																																								
T=1100 °C, τ=23 ч, N=2		 <table border="1" data-bbox="687 1361 871 1429"> <tr><td>OK</td><td>50.06</td><td>71.91</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>11.12</td><td>9.47</td></tr> <tr><td>TiK</td><td>38.82</td><td>18.62</td></tr> </table> <table border="1" data-bbox="1054 1765 1238 1921"> <tr><td>OK</td><td>27.16</td><td>55.94</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>4.46</td><td>5.44</td></tr> <tr><td>WM</td><td>5.37</td><td>0.96</td></tr> <tr><td>YL</td><td>1.12</td><td>0.42</td></tr> <tr><td>TiK</td><td>3.10</td><td>2.13</td></tr> <tr><td>CrK</td><td>29.13</td><td>18.46</td></tr> <tr><td>CoK</td><td>4.50</td><td>2.52</td></tr> <tr><td>NiK</td><td>25.17</td><td>14.13</td></tr> </table> <table border="1" data-bbox="1302 1749 1493 1832"> <tr><td>OK</td><td>32.96</td><td>58.35</td></tr> <tr><td>AlK</td><td>9.83</td><td>10.32</td></tr> <tr><td>TiK</td><td>3.34</td><td>1.97</td></tr> <tr><td>CrK</td><td>53.88</td><td>29.35</td></tr> </table>	OK	50.06	71.91	AlK	11.12	9.47	TiK	38.82	18.62	OK	27.16	55.94	AlK	4.46	5.44	WM	5.37	0.96	YL	1.12	0.42	TiK	3.10	2.13	CrK	29.13	18.46	CoK	4.50	2.52	NiK	25.17	14.13	OK	32.96	58.35	AlK	9.83	10.32	TiK	3.34	1.97	CrK	53.88	29.35									
OK	50.06	71.91																																																						
AlK	11.12	9.47																																																						
TiK	38.82	18.62																																																						
OK	27.16	55.94																																																						
AlK	4.46	5.44																																																						
WM	5.37	0.96																																																						
YL	1.12	0.42																																																						
TiK	3.10	2.13																																																						
CrK	29.13	18.46																																																						
CoK	4.50	2.52																																																						
NiK	25.17	14.13																																																						
OK	32.96	58.35																																																						
AlK	9.83	10.32																																																						
TiK	3.34	1.97																																																						
CrK	53.88	29.35																																																						

Окончание таблицы 6.4:

	<p>Отслоение покрытия составляет ~2 %. На входной кромке между керамическим покрытием и металлическим подслоем виден слой оксида алюминия толщиной не более 3 мкм. Также наблюдаются участки сквозного окисления. На спинке металлический слой полностью окислен. В поверхностном слое основного материала наблюдается зона полного растворения упрочняющей фазы.</p>
<p>T=1200 °C, τ=23 ч, N=5 циклов</p>	<div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div> <p>40 % отслоения покрытия. Отслоение покрытия составляет ~2 %. На входной кромке между керамическим покрытием и металлическим подслоем виден слой оксида алюминия толщиной не более 3 мкм. Также наблюдаются участки сквозного окисления. На спинке металлический слой полностью окислен. В поверхностном слое основного материала наблюдается зона полного растворения упрочняющей фазы.</p>

Образец прошел термоциклические испытания (500 циклов) по следующему режиму:

- а) нагрев до 1100°C;
- б) охлаждение до 400°C на воздухе в течение 2 минут.

Внешний вид покрытия после испытаний представлен на Рисунке 6.6. Отслоение керамического покрытия по перу образца составляет ~25 %. На замковой и бандажной полках керамическое покрытие полностью отсутствует.

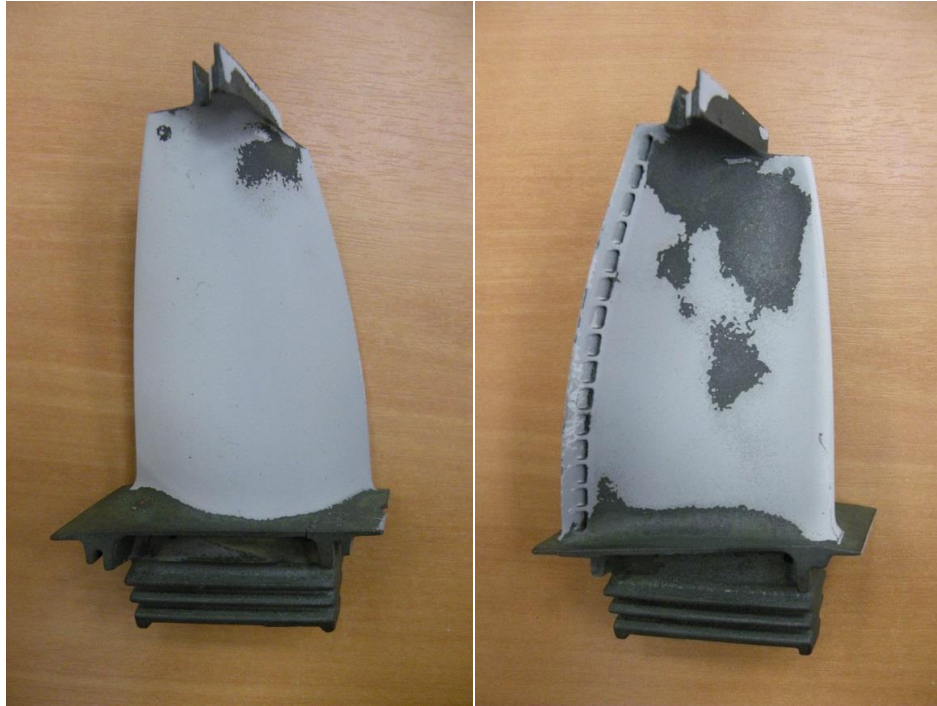


Рисунок 6.6 – Внешний вид образца после проведения термоциклических испытаний

На спинке и корыте исследуемого образца обнаружены участки окисления и отслоения металлического подслоя (Рисунок 6.7).

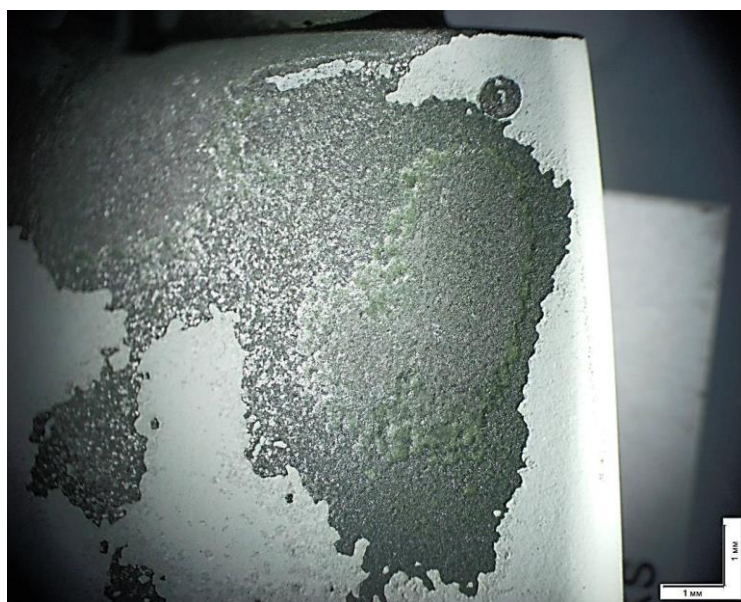


Рисунок 6.7 – Отслоение керамического покрытия, $\times 10$

В области спинки исследуемого образца (Рисунок 6.8, а) между керамическим и металлическим слоями обнаружен окисленный слой на основе оксида алюминия толщиной ~4 мкм. В металлическом слое на расстоянии 15...20 мкм от границы раздела «керамический слой – металлическое покрытие» обнаружены пустоты размером 2...5 мкм, образовавшиеся, предположительно, в результате диффузионных процессов, происходящих в металлическом покрытии при высоких температурах. В диффузионной зоне основного материала образца обнаружено выделение интерметаллидных фаз на основе хрома и вольфрама. Со стороны корыта исследуемого образца (Рисунок 6.8, б) обнаружены участки окисления вглубь основного материала на расстояние 52...55 мкм.

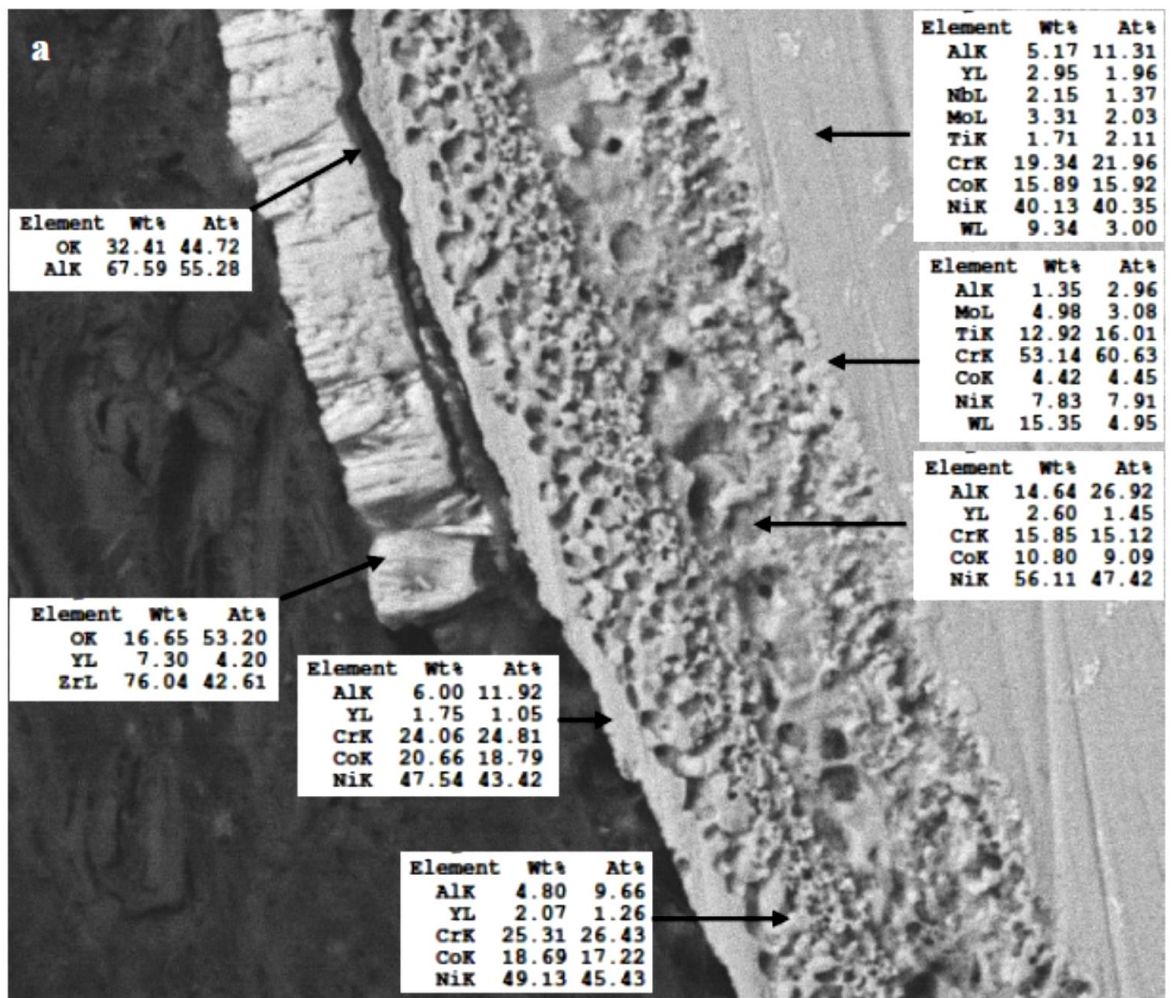


Рисунок 6.8, а – Химический состав покрытия исследуемого образца, $\times 5000$

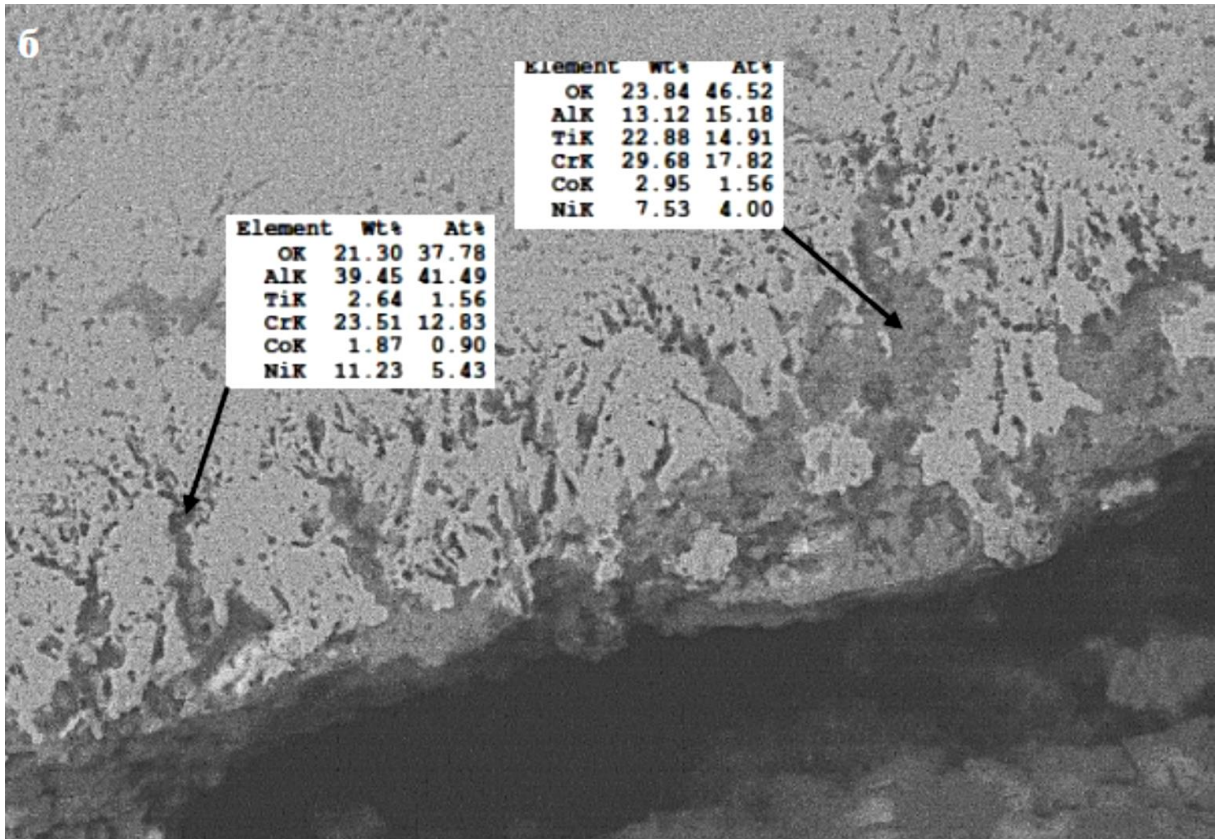


Рисунок 6.8, б – Химический состав покрытия исследуемого образца, $\times 5000$

6.3.3 Выводы по результатам исследований

1. Теплозащитное покрытие системы "NiCoCrAlY – Al – ZrO₂–Y₂O₃", нанесенное электронно-лучевым испарением с осаждением в вакууме, показало оптимальные термоциклические характеристики при температурах до 1100 °С. Отслоение покрытия при температуре термоциклических испытаний 1200 °С является следствием полиморфных превращений в керамическом слое с последующим изменением его объема.

2. Отслоение покрытия при изотермических испытаниях с температурой 1100°С является следствием окислительных процессов на поверхности металлического подслоя, развивающихся при высоких температурах и длительной выдержке в окислительной атмосфере печи.

3. Несмотря на вертикальную пористость металлического слоя, теплозащитное покрытие системы "NiCoCrAlY – Al – ZrO₂–Y₂O₃ ", нанесенное электронно-лучевым испарением с осаждением в вакууме, обладает лучшими термоциклическими характеристиками (1100 °С, 503 цикла, 0 % отслоения) , чем покрытие системы "NiCoCrAlY – ZrO₂–Y₂O₃ " с ионно-плазменным методом нанесения металлического подслоя (1100 °С ,500 циклов, 25 % отслоения). Это дает основания полагать, что создание дополнительного слоя Al между металлическим и керамическим слоями в покрытии способствует созданию стабильной защитной пленки на основе Al₂O₃ и увеличивает продолжительность существования моноалюминида никеля β-NiAl, обеспечивающего жаростойкость в системе теплозащитных покрытий.

4. Ввиду того, что в металлическом слое, сформированном электронно-лучевым методом, присутствовали вертикальные поры, снижавшие термоциклические свойства, наиболее рациональным решением является комбинация ионно-плазменного металлического покрытия с микрослоем Al или NiAl, нанесенного электронно-лучевым методом.

6.4. Электронно-лучевые покрытия с дополнительными слоями алюминида никеля

6.4.1 Описание технологии

На жаростойкий и на теплозащитный слои наносился металлический слой Ni–Al [77]. Предполагалось, что в первом случае дополнительный слой Ni–Al на поверхности жаростойкого слоя будет способствовать сохранению фазовой стабильности основного жаростойкого слоя и, в конечном счете, обеспечить повышение стабильности защищаемого сплава путём снижения диффузии Al из сплава в покрытие в условиях длительной эксплуатации.

Использование Ni-Al в качестве внешнего слоя должно обеспечить в процессе эксплуатации в газовой среде и под воздействием высоких температур формирование оксидного барьерного слоя Al_2O_3 на поверхности керамического слоя 8YSZ за счет снижения кислородной проницаемости 8YSZ, что должно замедлить скорость окисления жаростойкого металлического покрытия.

На поверхности образцов с жаростойким слоем были нанесены металлический слой Ni-Al (химический состав слитка представлен в Таблице 6.5) и керамический слой $ZrO_2-Y_2O_3$ (химический состав штабика представлен в Таблице 6.6) на электронно-лучевой установке за один технологический цикл.

С целью снижения уровня внутренних напряжений и формирования структуры покрытий, выполнена операция вакуумный диффузионный отжиг.

Таблица 6.5 – Химический состав металлического слитка

Система сплава	Массовая доля элементов, %		Массовая доля примесей, %							
	никель	алюминий	железо	кремний	медь	углерод	фосфор	сера	кислород	азот
			не более							
Ni-Al	основа	от 28,0 до 30,0	0,3	0,2	0,05	0,01	0,01	0,003	0,001	0,001

Таблица 6.6 – Химический состав штабика

Соединение	Массовая доля, %
Диоксид циркония (ZrO_2)	основа
Оксид иттрия (Y_2O_3)	$7,0 \pm 1,0$
Оксид гафния (HfO_2)	$\leq 2,5$
Оксид кремния (SiO_2)	$\leq 0,05$
Оксид магния (MgO)	$\leq 0,05$
Оксид титана (TiO_2)	$\leq 0,05$
Оксид кальция (CaO)	$\leq 0,05$
Оксид алюминия (Al_2O_3)	$\leq 0,05$
Оксид железа (Fe_2O_3)	$\leq 0,03$
Хлориды	$\leq 0,05$
Фториды	$\leq 0,05$
Оксид фосфора (P_2O_5)	$\leq 0,01$
Оксид натрия (Na_2O)	$\leq 0,01$

6.4.2 Оценка сопротивляемости солевой коррозии систем покрытий

До испытаний

Внешний вид и микроструктура образцов с нанесенными на их поверхности системами покрытий до проведения испытаний представлены на Рисунках 6.9...6.14.

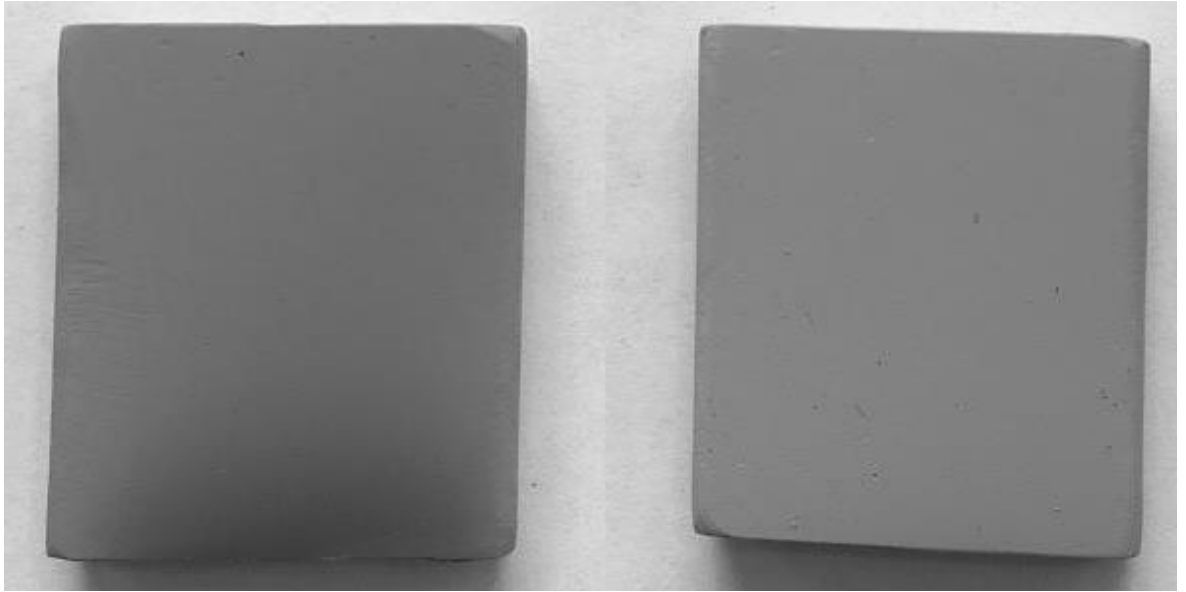


Рисунок 6.9 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / Ni-Al / ZrO₂-Y₂O₃ до проведения испытаний

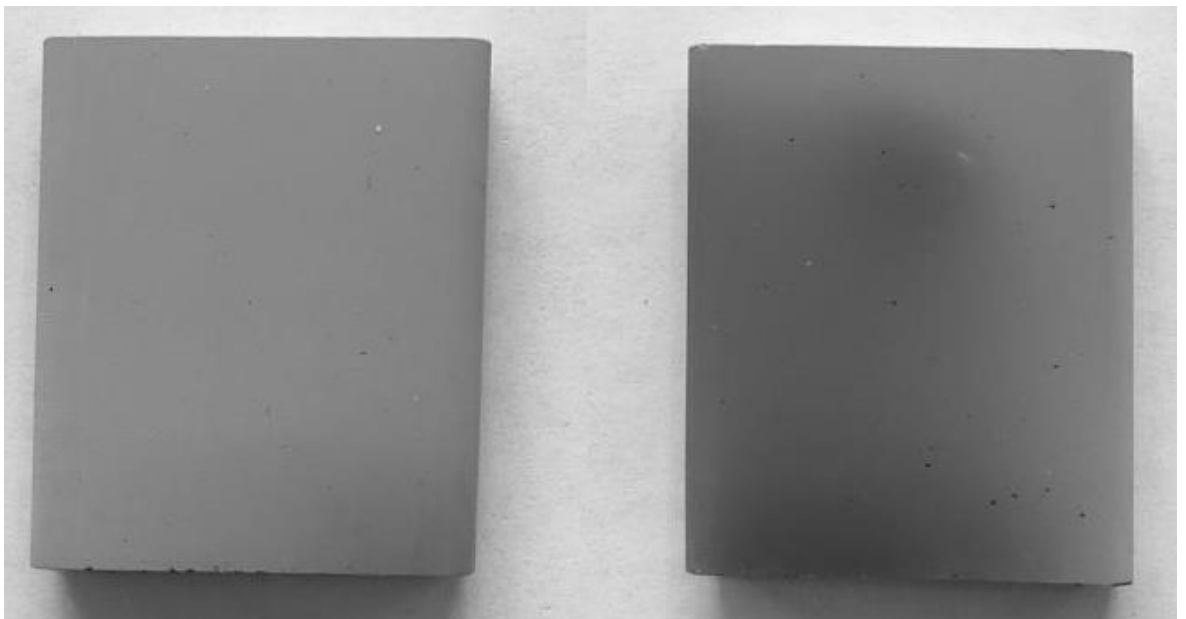


Рисунок 6.10 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / Ni-Al / ZrO₂-Y₂O₃ до проведения испытаний

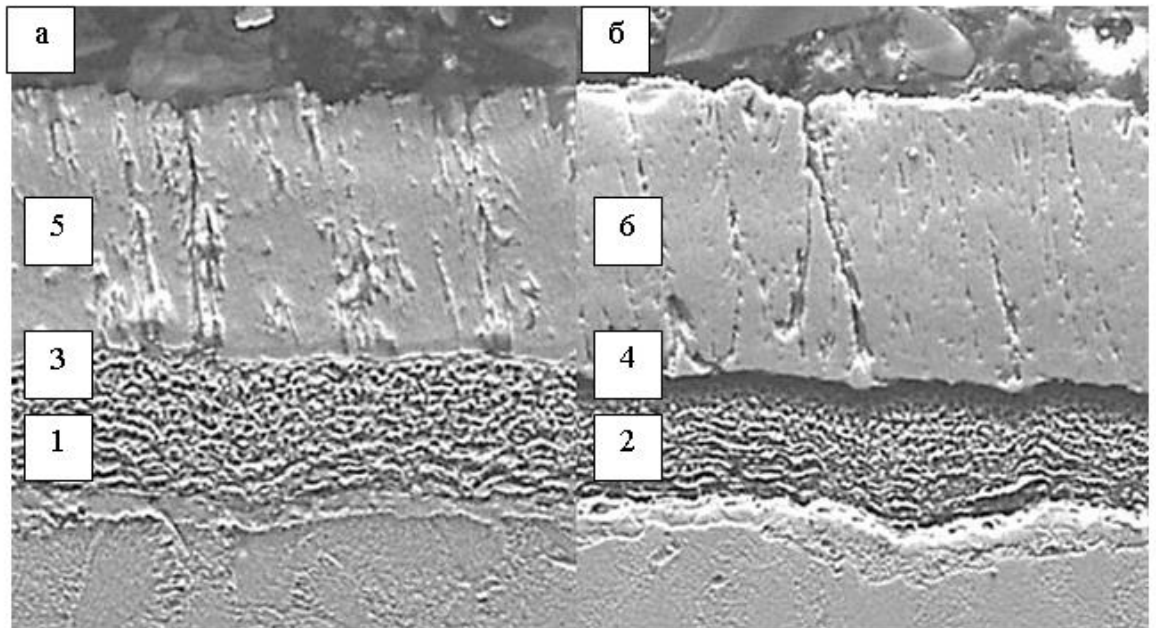


Рисунок 6.11 – Микроструктура системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ (× 1 000): а – сплав марки ЧС88У-ВИ; б – сплав марки СЛЖС5-ВИ; 1, 2 – слой Ni–Co–Cr–Al–Y; 3, 4 – слой Ni–Al (от 2,2 до 6,4 мкм); 5, 6 – слой ZrO₂–Y₂O₃

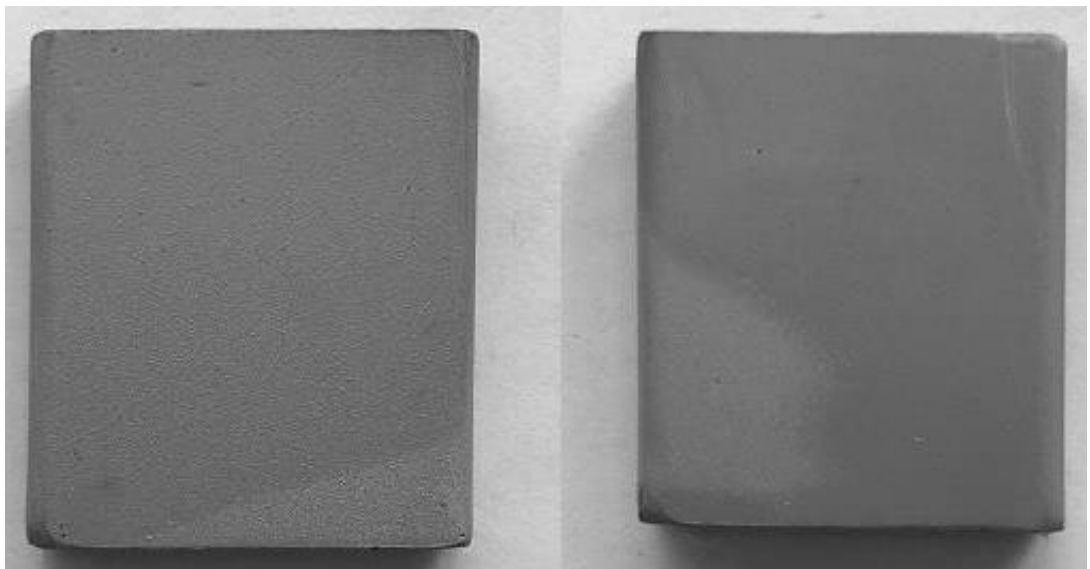


Рисунок 6.12 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ, с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al до проведения испытаний

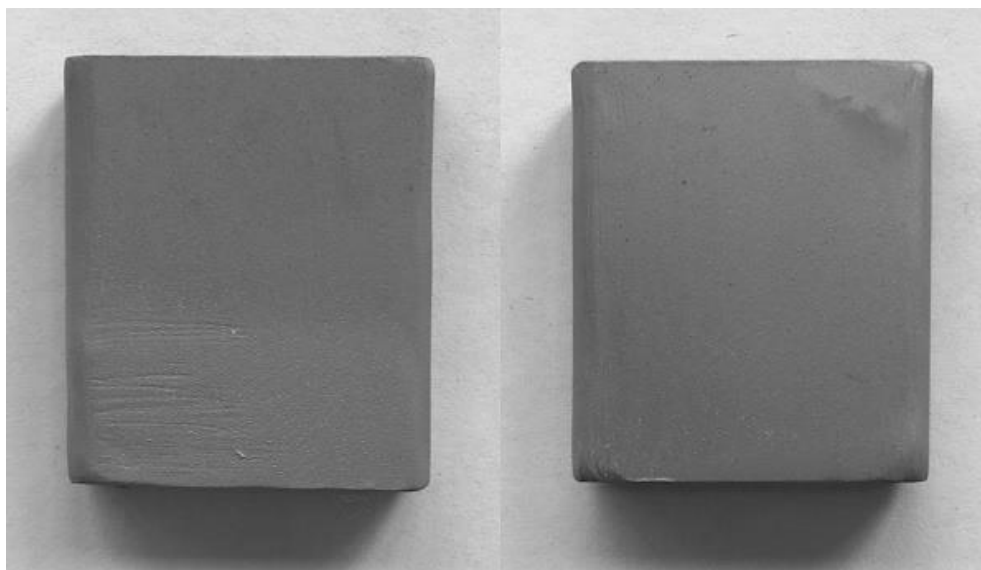


Рисунок 6.13 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ до проведения испытаний

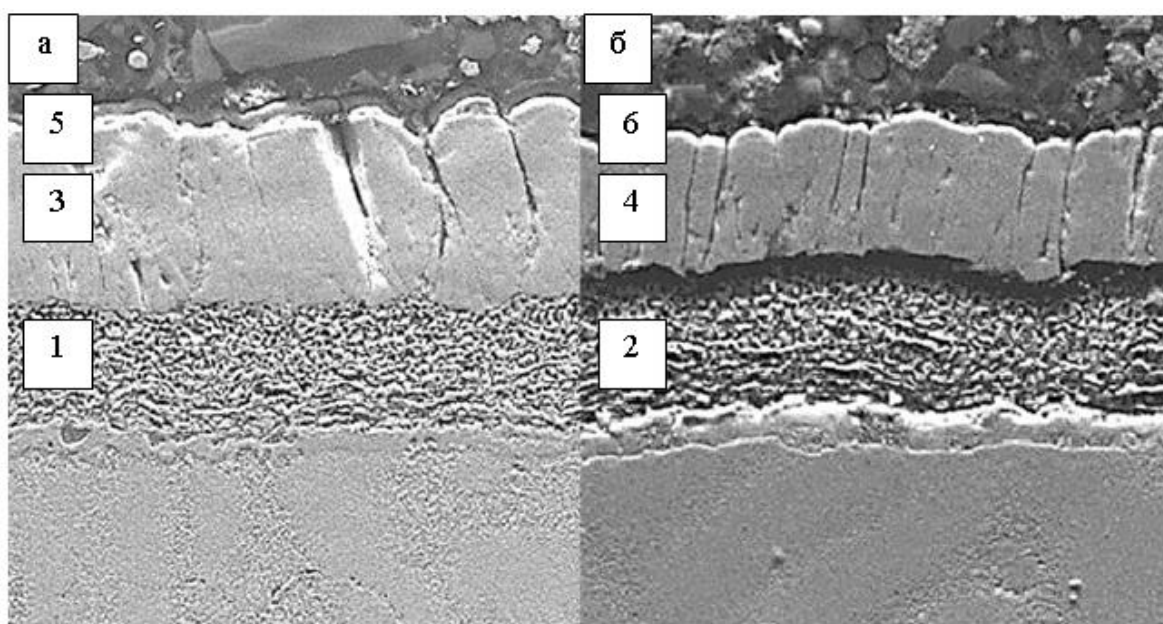


Рисунок 6.14 – Микроструктура системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ ($\times 1\ 000$): а – сплав марки ЧС88У-ВИ; б – сплав марки СЛЖС5-ВИ; 1, 2 – слой Ni-Co-Cr-Al-Y ; 3, 4 – слой $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$; 5, 6 – слой Ni-Al (от 1,8 до 9,9 мкм)

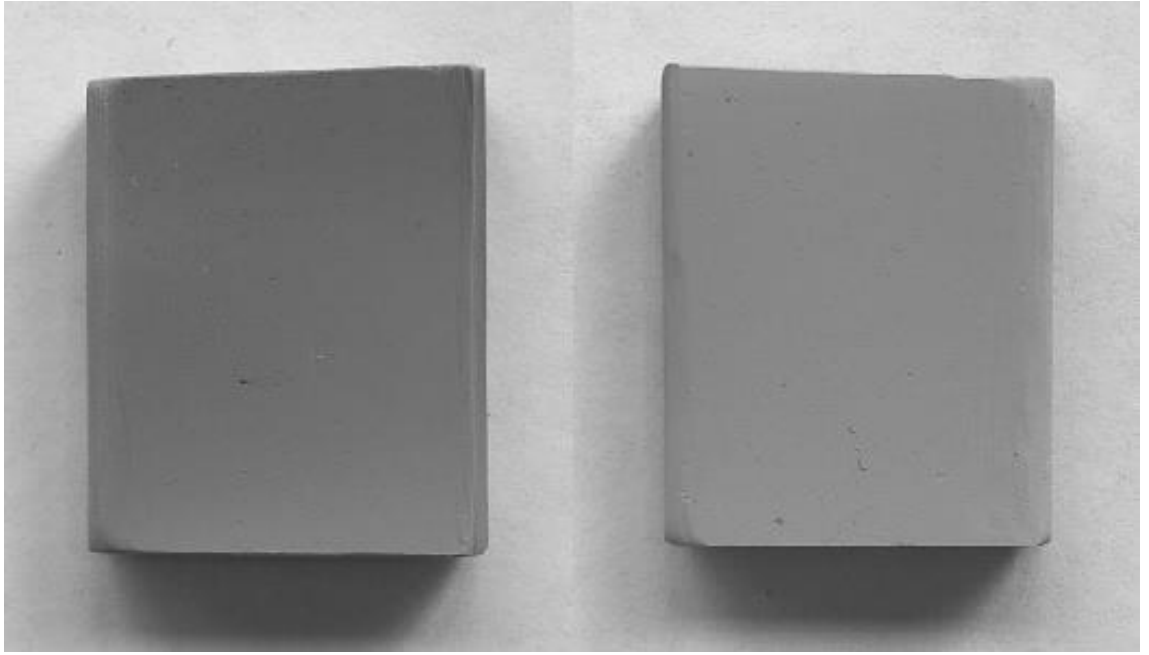


Рисунок 6.15 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ до проведения испытаний

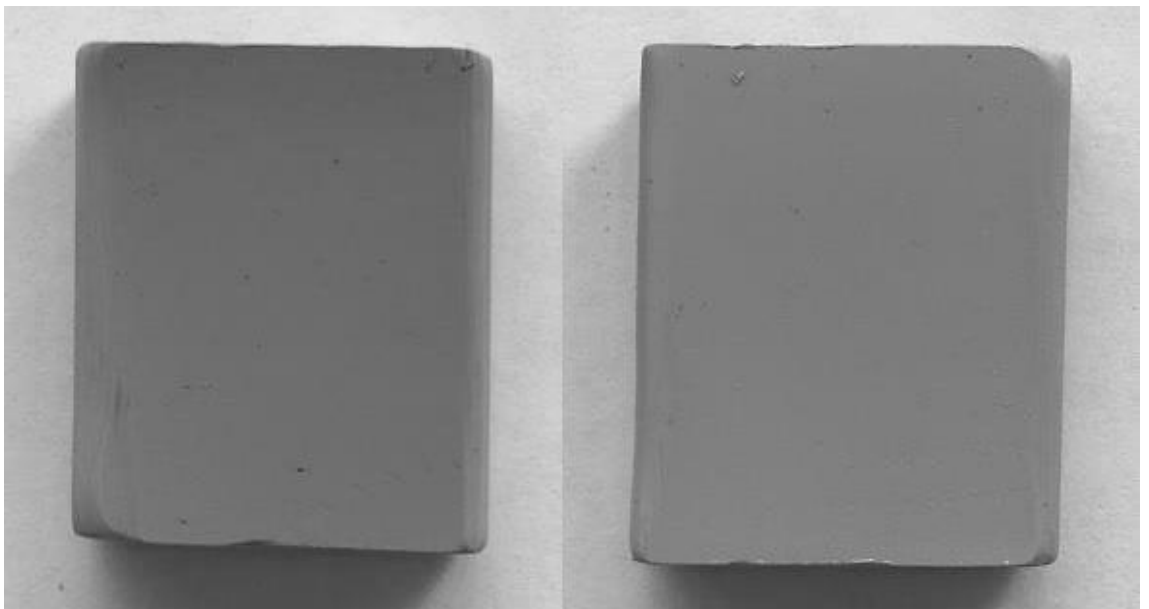


Рисунок 6.16 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ до проведения испытаний

После 10 часов испытаний

Внешний вид образцов с нанесенными на их поверхности системами покрытий после 10 часов испытаний (два цикла) представлены на Рисунках 6.15...6.22. Разрушение систем покрытий на образцах составляет 2...6 %.

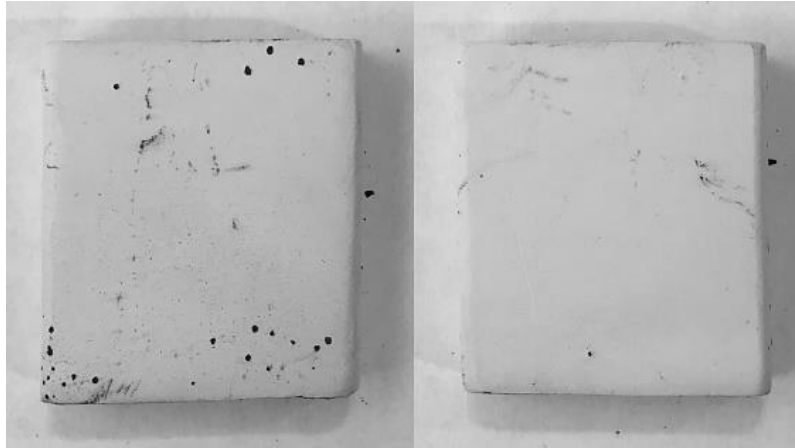


Рисунок 6.17 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после 10 часов испытаний

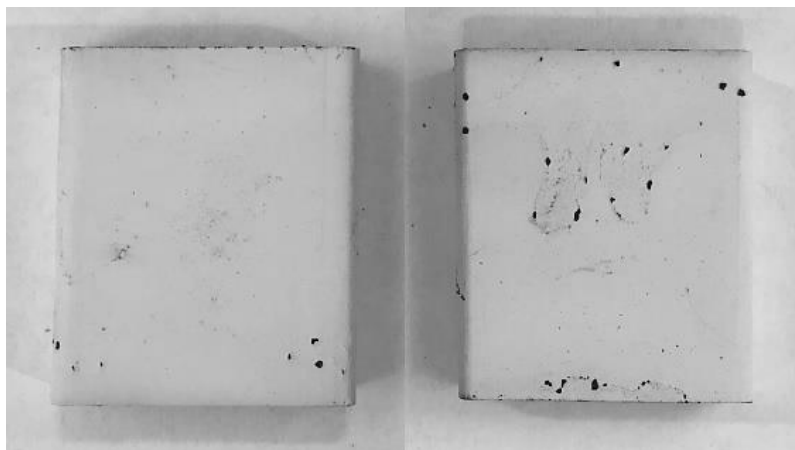


Рисунок 6.18 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после 10 часов испытаний

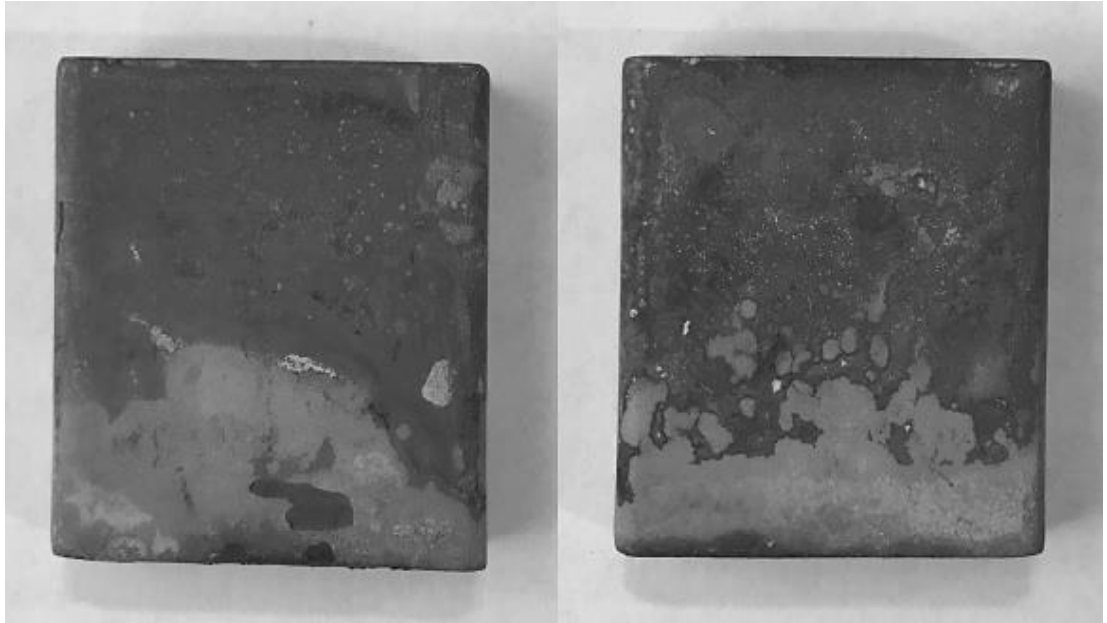


Рисунок 6.19 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ после 10 часов испытаний

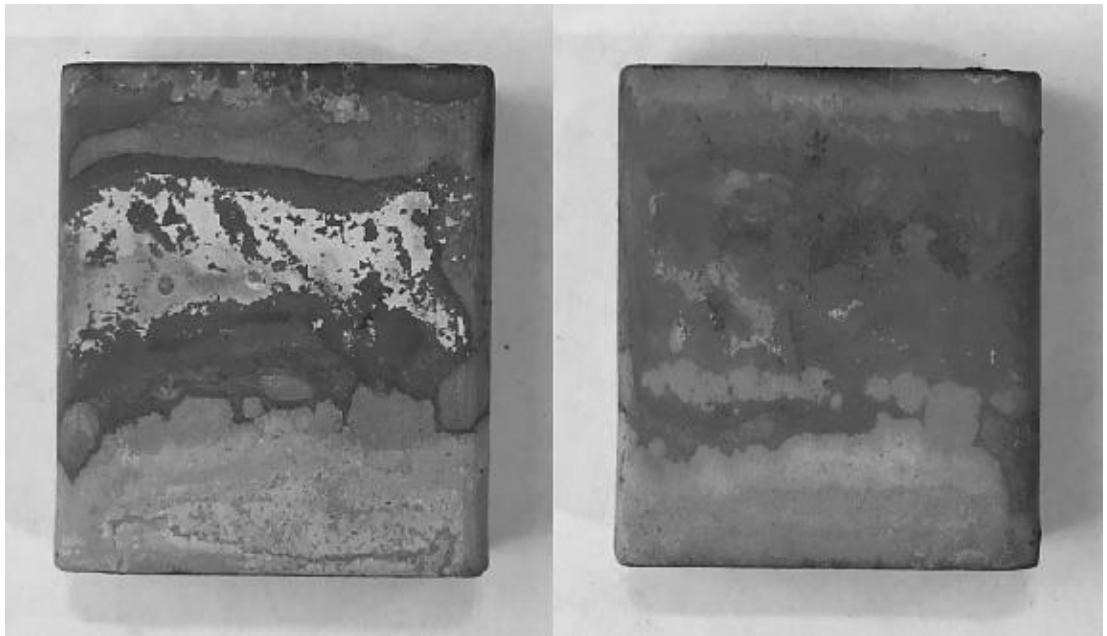


Рисунок 6.20 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ после 10 часов испытаний



Рисунок 6.21 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO₂-Y₂O₃ после 10 часов испытаний

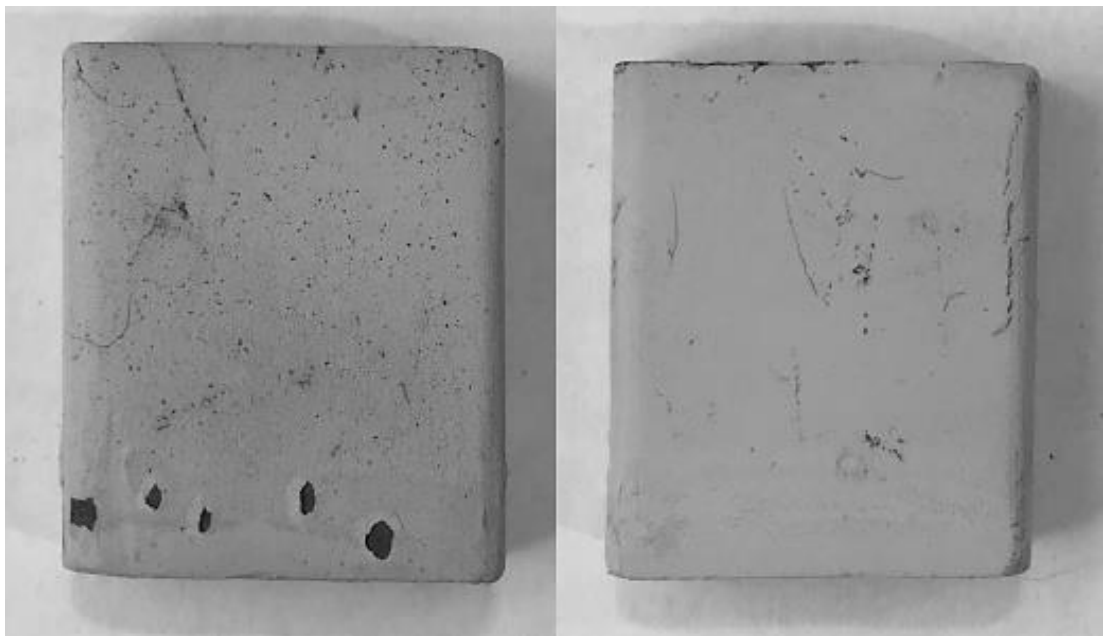


Рисунок 6.22 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO₂-Y₂O₃ после 10 часов испытаний

После 50 часов испытаний

Внешний вид и микроструктура образцов с нанесенными на их поверхности системами покрытий после 50 часов испытаний (десять циклов) представлены на Рисунках 6.23...6.32.

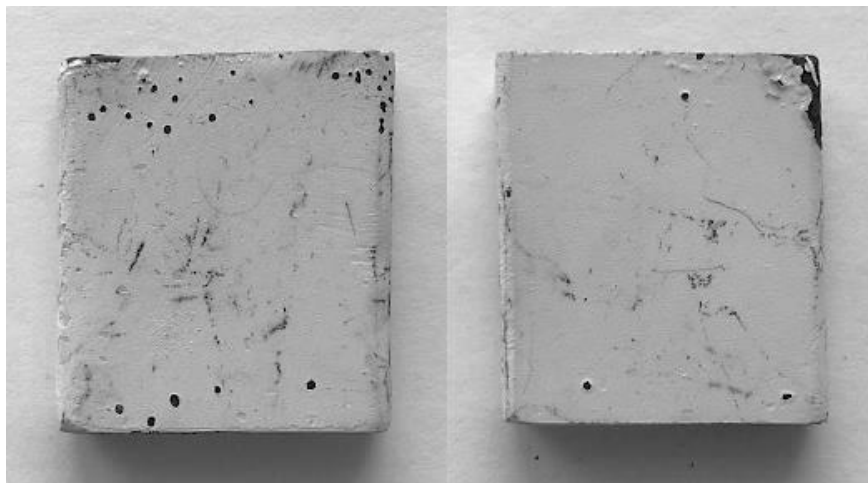


Рисунок 6.23 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после 50 часов испытаний

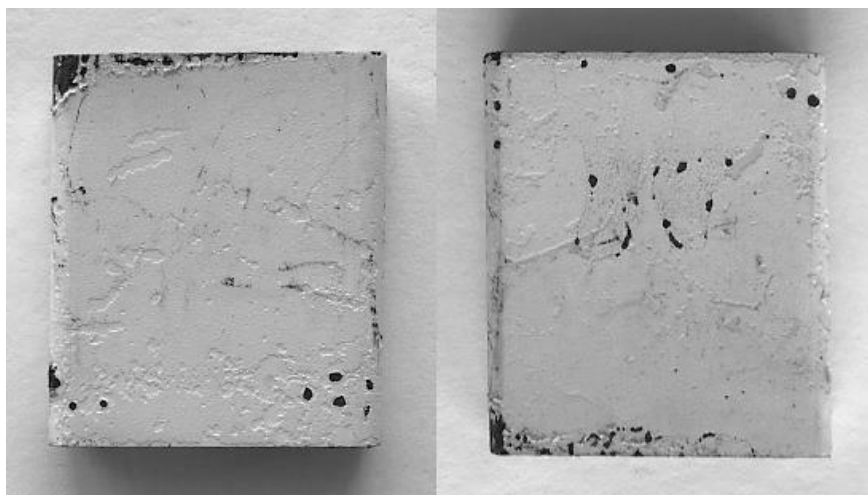


Рисунок 6.24 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после 50 часов испытаний

После 50 часов испытаний (10 циклов), на поверхностях образцов наблюдаются локальные нарушения целостности системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, а также его деградация в зонах, находящихся в непосредственной близости к торцам, которые использовались для закрепления образцов на технологической оснастке или были направлены параллельно конденсату испаряемых материалов, наносимых ионно-плазменным и электронно-лучевым методами. Следовательно, на торцах покрытие отсутствует, либо имеет отличную структуру от общей структуры системы покрытия – возрастает интенсивность окисления сплавов и воздействия на них солевой коррозии. Разрушение системы покрытия составляет от 2 до 6 %.

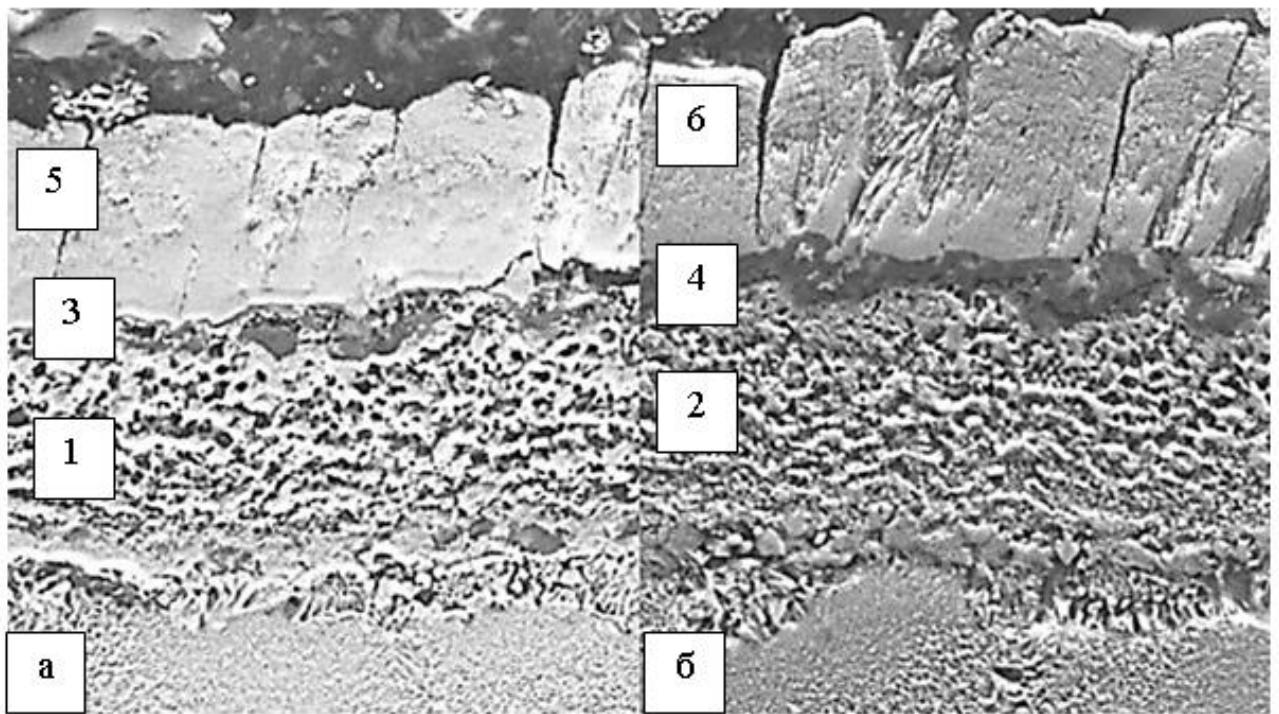


Рисунок 6.25 – Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ после 50 часов испытаний ($\times 2\,000$): а – сплав марки ЧС88У-ВИ; б – сплав марки СЛЖС5-ВИ; 1, 2 – измененная структура металлических слоёв Ni–Co–Cr–Al–Y и Ni–Al; 3, 4 – оксидный слой Al₂O₃ (от 3 до 13 мкм); 5, 6 – слой ZrO₂–Y₂O₃

Металлографическим анализом установлено:

а) в результате взаимной диффузии между слоями Ni–Co–Cr–Al–Y и Ni–Al наблюдается измененная структура металлических слоёв, на поверхности которой, под воздействием внешних факторов (высокотемпературная солевая коррозия и высокотемпературное окисление) сформировался оксидный слой Al_2O_3 толщиной от 3 до 13 мкм;

б) неравномерное увеличение оксидного слоя с течением испытаний на границе раздела «измененная структура металлических слоёв / керамический слой», привело к локальным разрушениям последнего. Впоследствии, металлические слои были подвержены высокотемпературному коррозионному воздействию по всей толщине, что так же привело к их локальным разрушениям;

в) в сплаве марки ЧС88У-ВИ, в местах разрушения системы покрытия, обнаружены участки, подверженные межкристаллитной коррозии (Рисунок 6.26). В сплаве марки СЛЖС5-ВИ коррозионных повреждений не обнаружено.



Рисунок 6.26 – Межкристаллитная коррозия сплава марки ЧС88У-ВИ в местах разрушения системы покрытия, $\times 500$



Рисунок 6.27 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИс нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ после 50 часов испытаний



Рисунок 6.27 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ после 50 часов испытаний

После 50 часов испытаний (10 циклов), на поверхностях образцов наблюдаются локальные нарушения целостности системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$. Разрушение системы покрытия составляет от 2 до 6 %.

Стоит отметить, что с течением испытаний визуально отслеживалось появление и изменение цвета побежалости от светло-серых до изумрудно-серых оттенков, что объясняется формированием оксидного слоя на поверхности металлического слоя Ni–Al в системе покрытия.

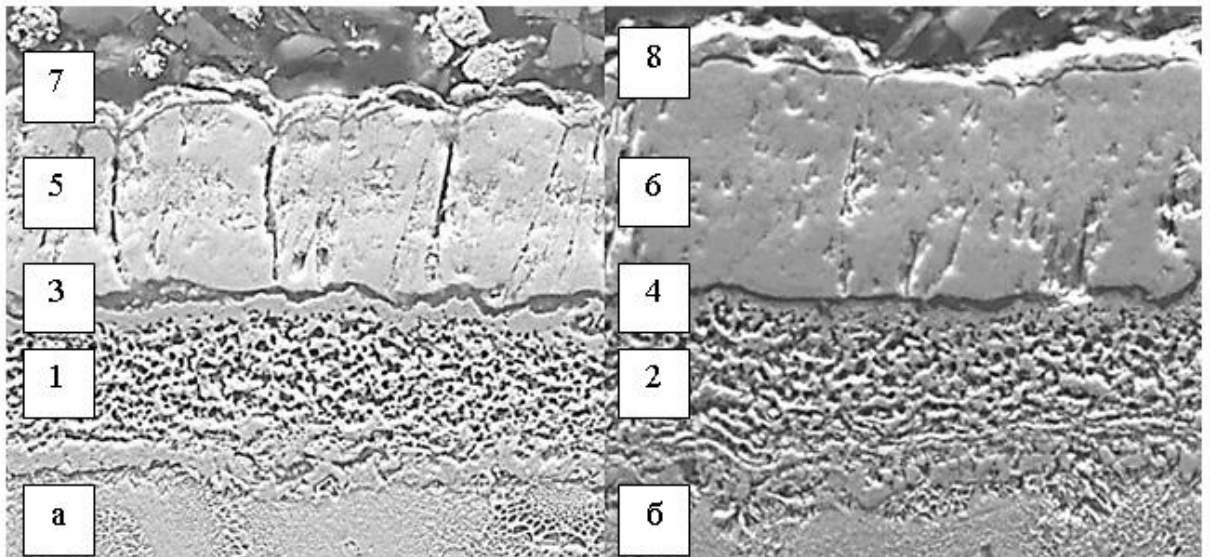


Рисунок 6.28 – Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после 50 часов испытаний (× 2 000):

а – сплав марки ЧС88У-ВИ; б – сплав марки СЛЖС5-ВИ;

1, 2 – измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y;

3, 4 – оксидный слой Al₂O₃ (от 2 до 9 мкм);

5, 6 – слой ZrO₂–Y₂O₃; 7, 8 – оксидный слой Al₂O₃ на поверхности слоя Ni–Al с измененной структурой (общая толщина слоёв от 3 до 9 мкм)

Металлографическим анализом установлено:

а) на поверхности слоя Ni–Al под воздействием внешних факторов (высокотемпературная солевая коррозия и высокотемпературное окисление) сформировался оксидный слой Al₂O₃. Общая толщина металлического и оксидного слоёв составляет от 3 до 9 мкм;

б) оксидный слой уменьшил, но не исключил диффузию «агрессивной» среды, вследствие чего наблюдаются поверхностные коррозионные повреждения слоя Ni–Co–Cr–Al–Y на глубину от 2 до 9 мкм;

в) коррозионных повреждений сплавов не обнаружено.

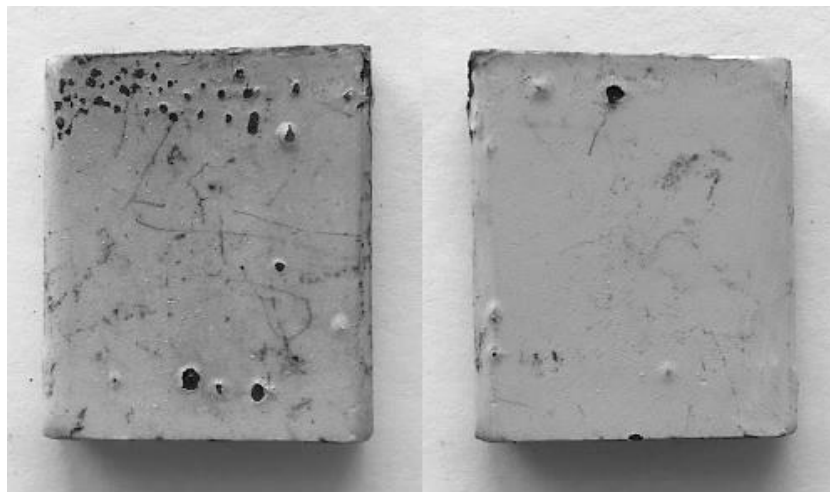


Рисунок 6.29 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ после 50 часов испытаний

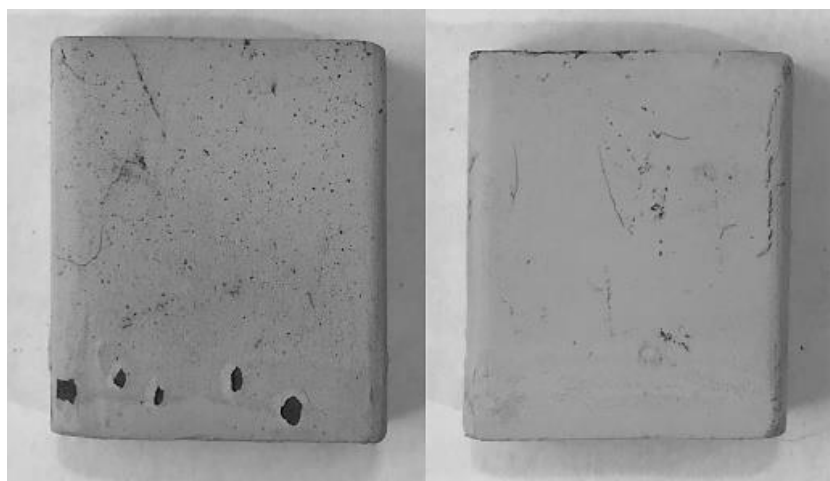


Рисунок 6.30 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ после 50 часов испытаний

После 50 часов испытаний (10 циклов), на поверхностях наблюдаются многочисленные локальные нарушения целостности системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃. Разрушение системы покрытия составляет от 5 до 10 %.

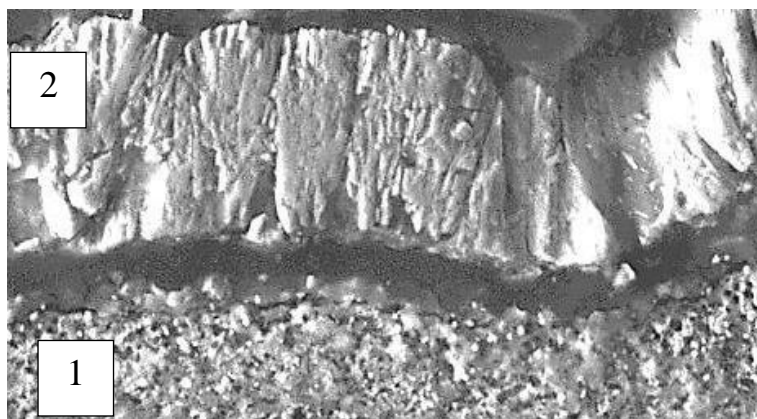


Рисунок 6.31 – Микроструктура системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ на поверхности сплава марки ЧС88У-ВИ, после 50 часов испытаний, × 2 000: 1 – измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y, подверженная интенсивному коррозионному воздействию; 2 – слой ZrO₂–Y₂O₃

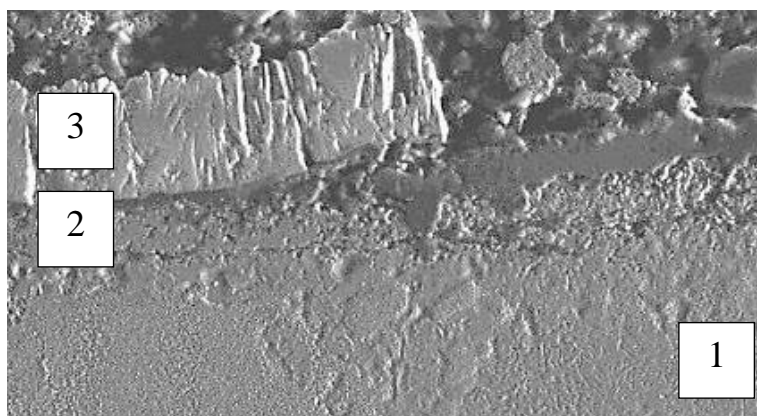


Рисунок 6.32 – Микроструктура системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ на поверхности сплава марки СЛЖС5-ВИ после 50 часов испытаний, × 1 000: 1 – измененная структура поверхностного слоя сплава, подверженная межкристаллитной коррозии; 2 – измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y подверженная интенсивному коррозионному воздействию; 3 – слой ZrO₂–Y₂O₃

Металлографическим анализом установлено:

а) в результате воздействия внешних факторов (высокотемпературная солевая коррозия и высокотемпературное окисление) наблюдается измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y, подверженная коррозионному воздействию на глубину от 1 до 40 мкм, что является следствием многочисленных локальных нарушений целостности системы покрытия;

б) в объёме изменённой структуры сплава марки СЛЖС5-ВИ в результате воздействия внешних факторов (высокотемпературная солевая коррозия и высокотемпературное окисление) в местах разрушения системы покрытия, обнаружены участки подверженные межкристаллитной коррозии на глубину до 120 мкм.

Изменения массы образцов с течением испытаний представлены в виде графиков на Рисунках 6.33...6.38 и приведены в Таблице 6.7.

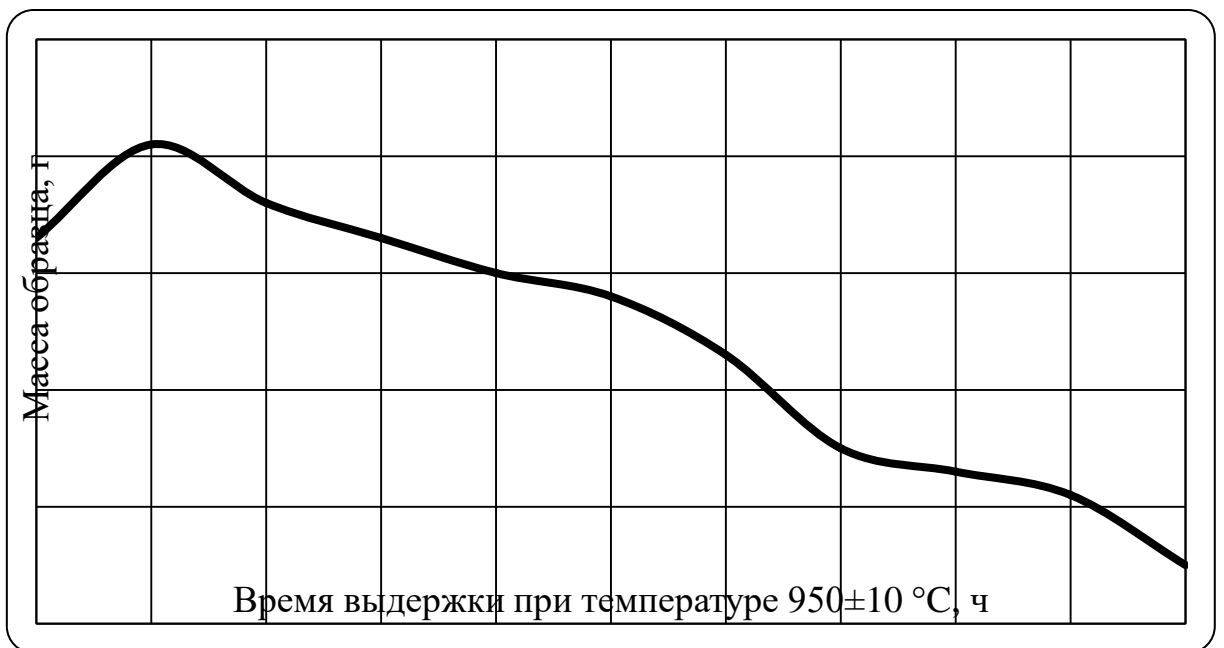


Рисунок 6.33 – Изменение массы образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 с течением испытаний

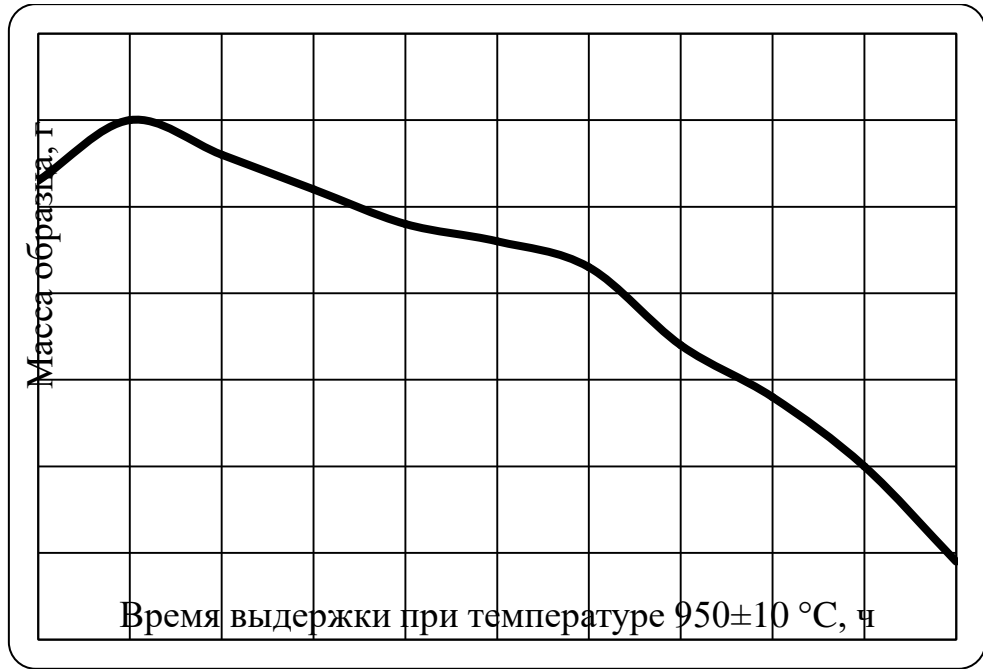


Рисунок 6.34 – Изменение массы образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 с течением испытаний

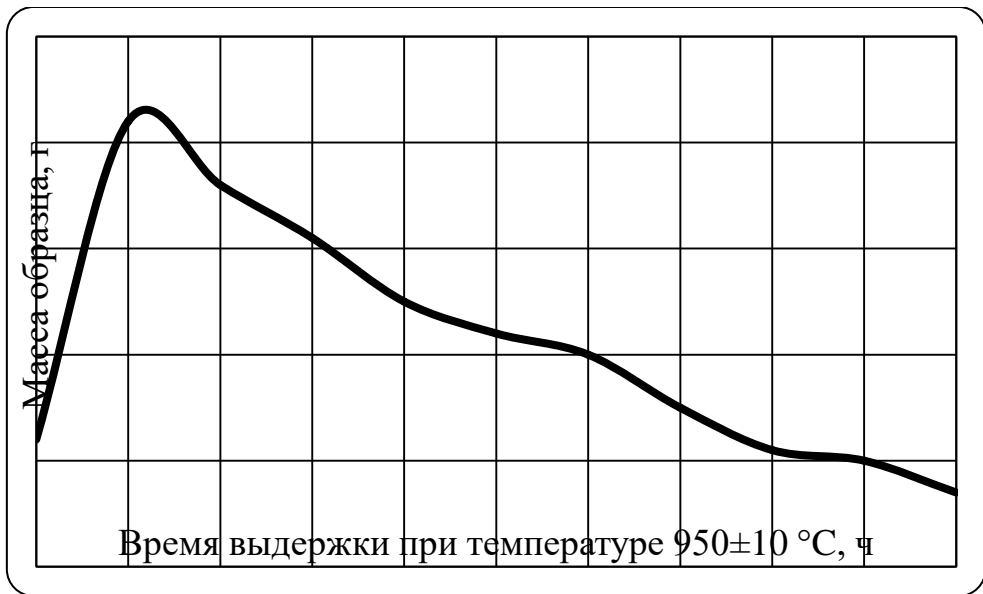


Рисунок 6.35 – Изменение массы образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 / Ni–Al с течением испытаний

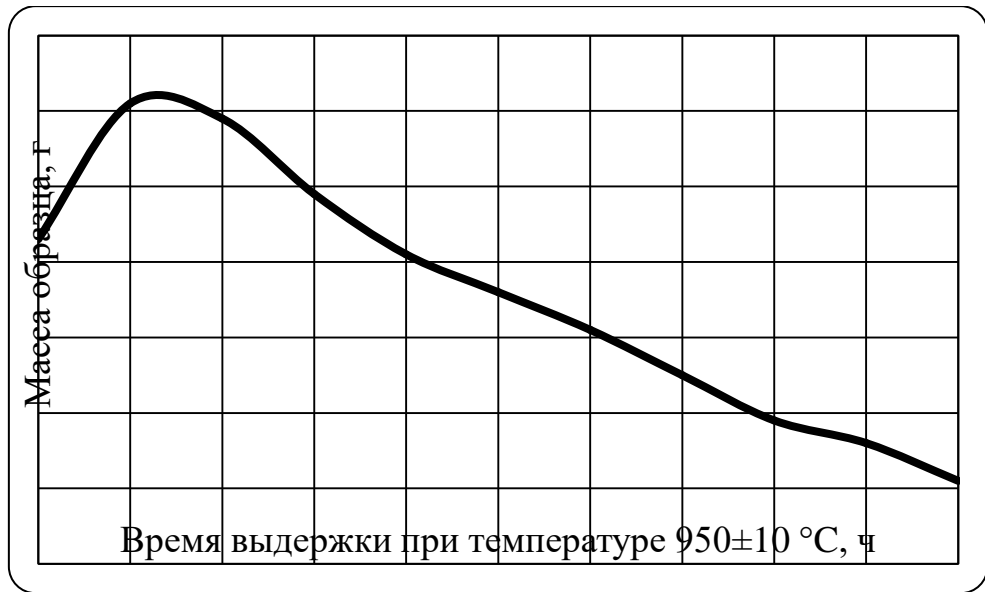


Рисунок 6.36 – Изменение массы образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO₂-Y₂O₃ / Ni-Al с течением испытаний

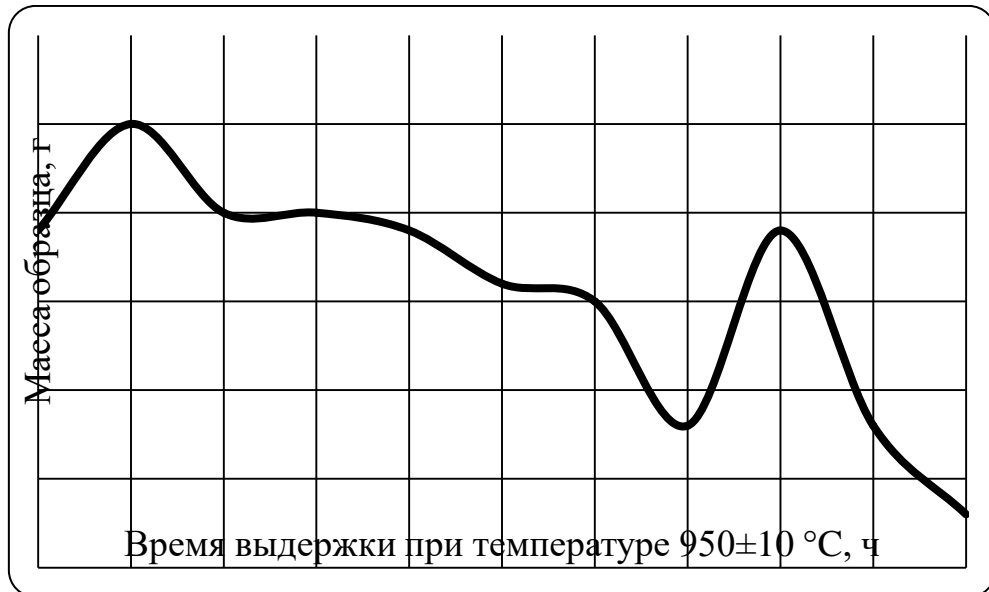


Рисунок 6.37 – Изменение массы образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO₂-Y₂O₃ с течением испытаний

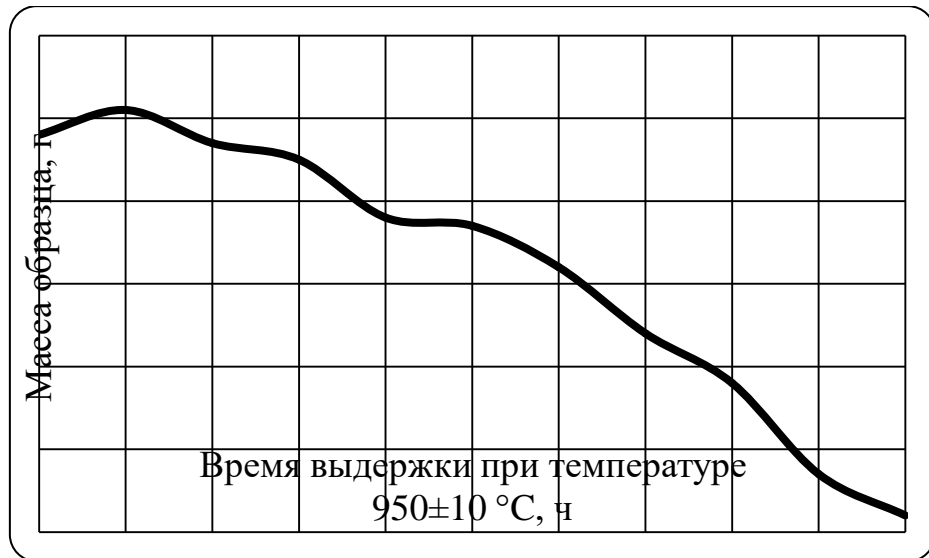


Рисунок 6.38 – Изменение массы образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 с течением испытаний

Анализируя интенсивность разрушения систем покрытий и изменения массы образцов, основываясь на вышеперечисленных данных, можно сделать следующие заключения:

а) на образцах с системой покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 после каждого цикла наблюдается незначительные изменения массы образцов, что может являться следствием окисления «незащищенных» поверхностей и воздействия на них солевой коррозии, а также локальных нарушений целостности системы покрытия;

б) на образцах с системой покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 / Ni–Al после первого цикла наблюдается высокая тенденция к увеличению массы, что объясняется течением окислительных процессов на поверхности металлического слоя Ni–Al и торцах, находящихся в прямом контакте с «агрессивной» средой. Далее образцы постепенно теряют массу, что может являться следствием незначительных локальных нарушений целостности системы покрытия;

Таблица 6.7 – Изменения массы образцов с течением испытаний

Система покрытия	Марка сплава	Масса образца, г										
		Общее время выдержки при температуре 950±10 °С, ч (количество циклов)										
		0 (0)	5 (1)	10 (2)	15 (3)	20 (4)	25 (5)	30 (6)	35 (7)	40 (8)	45 (9)	50 (10)
Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	42,143	42,151 (+0,008)	42,146 (-0,005)	42,143 (-0,003)	42,140 (-0,003)	42,138 (-0,002)	42,133 (-0,005)	42,125 (-0,008)	42,123 (-0,002)	42,121 (-0,002)	42,115 (-0,006)
	СЛЖС5-ВИ	45,083	45,090 (+0,007)	45,086 (-0,004)	45,082 (-0,004)	45,078 (-0,004)	45,076 (-0,002)	45,073 (-0,003)	45,064 (-0,009)	45,058 (-0,006)	45,050 (-0,008)	45,039 (-0,011)
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃ / Ni–Al	ЧС88У-ВИ	40,892	40,922 (+0,030)	40,916 (-0,006)	40,911 (-0,005)	40,905 (-0,006)	40,902 (-0,003)	40,900 (-0,002)	40,895 (-0,005)	40,891 (-0,004)	40,890 (-0,001)	40,887 (-0,003)
	СЛЖС5-ВИ	46,913	46,931 (+0,018)	46,929 (-0,002)	46,919 (-0,010)	46,911 (-0,008)	46,906 (-0,005)	46,901 (-0,005)	46,895 (-0,006)	46,889 (-0,006)	46,886 (-0,003)	46,881 (-0,005)
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	45,244	45,250 (+0,006)	45,245 (-0,005)	45,245 (±0,000)	45,244 (-0,001)	45,241 (-0,003)	45,240 (-0,001)	45,233 (-0,007)	45,244 (+0,011)	45,233 (-0,011)	45,228 (-0,005)
	СЛЖС5-ВИ	48,478	48,481 (+0,003)	48,477 (-0,004)	48,475 (-0,002)	48,468 (-0,007)	48,467 (-0,001)	48,462 (-0,005)	48,454 (-0,008)	48,448 (-0,006)	48,437 (-0,011)	48,432 (-0,005)

в) у образцов со стандартной системой покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃ на протяжении всех этапов испытаний наблюдается активная деградация системы покрытия, что объясняет неравномерное изменение массы – появление «незащищенных» участков и увеличение их площадей, в местах разрушения системы покрытия, что являлось причиной дополнительного воздействия на поверхности сплавов солевой коррозии и их окисления.

На основании результатов проведенных испытаний и выводов металлографических исследований выполнена оценка эффективности систем покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al и Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ (Таблица 6.8), по следующим критериям:

- а) целостность системы покрытия;
- б) коррозионная стойкость системы покрытия;
- в) точность воспроизведения параметров системы покрытия.

Из таблицы 6.8 видно, что наиболее эффективными свойствами в условиях высокотемпературной солевой коррозии обладает система покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al, на поверхности которой, под воздействием внешних факторов, формируется оксидный слой снижающий диффузию «агрессивной» среды к поверхности сплава.

Таблица 6.8 – Оценка эффективности систем покрытий

Система покрытия	Марка сплава	Критерии оценки		
		Целостность покрытия	Коррозионная стойкость покрытия	Точность воспроизведения параметров покрытия
Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	++	+	++
	СЛЖС5-ВИ	++	++	++

Окончание таблицы 6.8

Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃ / Ni–Al	ЧС88У-ВИ	++	+++	++
	СЛЖС5-ВИ	+++	+++	++
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	+	+	+++
	СЛЖС5-ВИ	+	–	+++
<p>Примечание – «+++» наивысшая оценка; «++» средняя оценка; «+» удовлетворительная оценка; «–» неудовлетворительная оценка.</p>				

6.4.3 Оценка эффективности систем покрытий в условиях кратковременного циклического высокотемпературного воздействия при температуре 1100°С

Внешний вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ с течением высокотемпературных термоциклических испытаний представлен на Рисунках 6.39...6.41. После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний, в количестве 1 000 циклов, разрушение системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ на поверхности образца (сплав марки ЧС88У-ВИ) составляет 1...2 %.

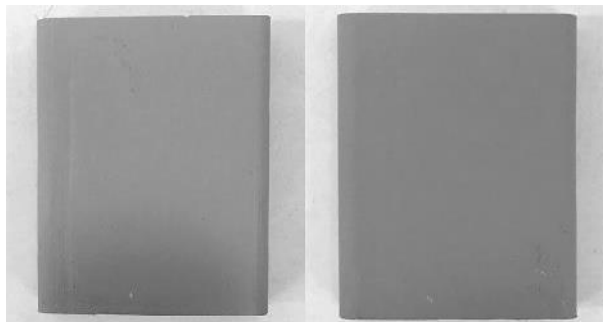


Рисунок 6.39 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

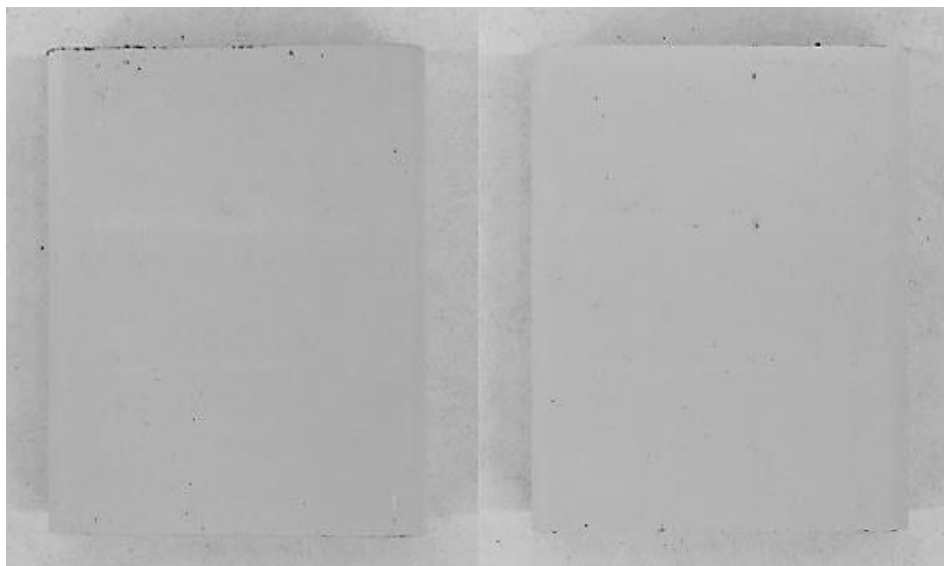


Рисунок 6.40 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (500 циклов)

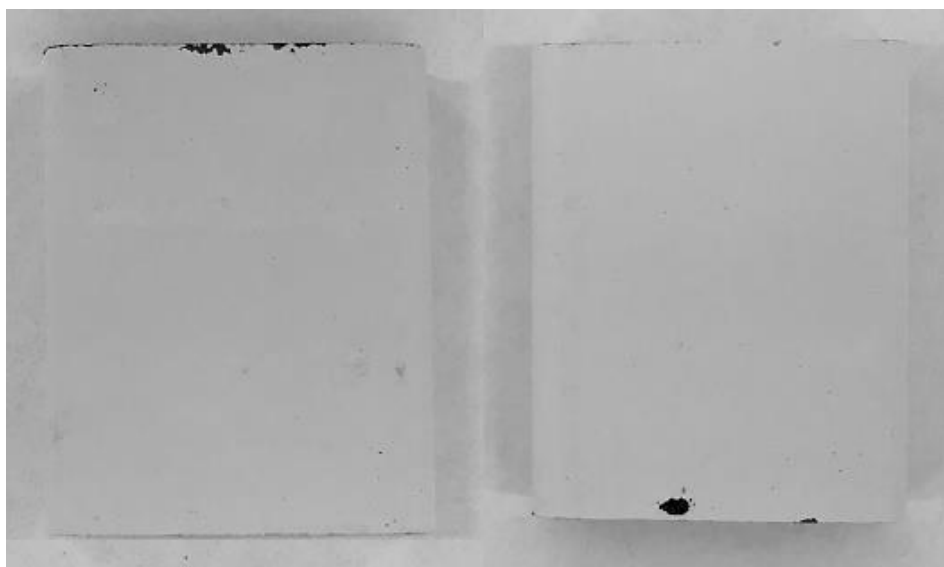


Рисунок 6.41 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

Внешний вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ с течением высокотемпературных термоциклических испытаний представлен на Рисунках 6.42...6.44.

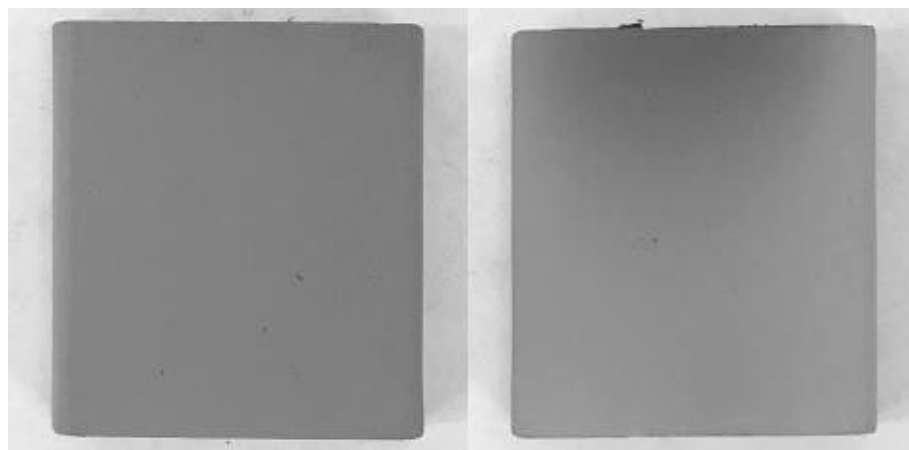


Рисунок 6.42 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

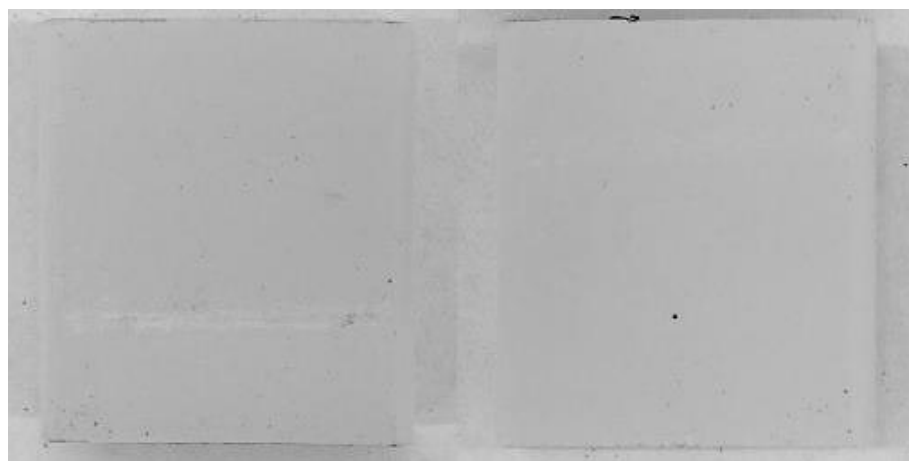
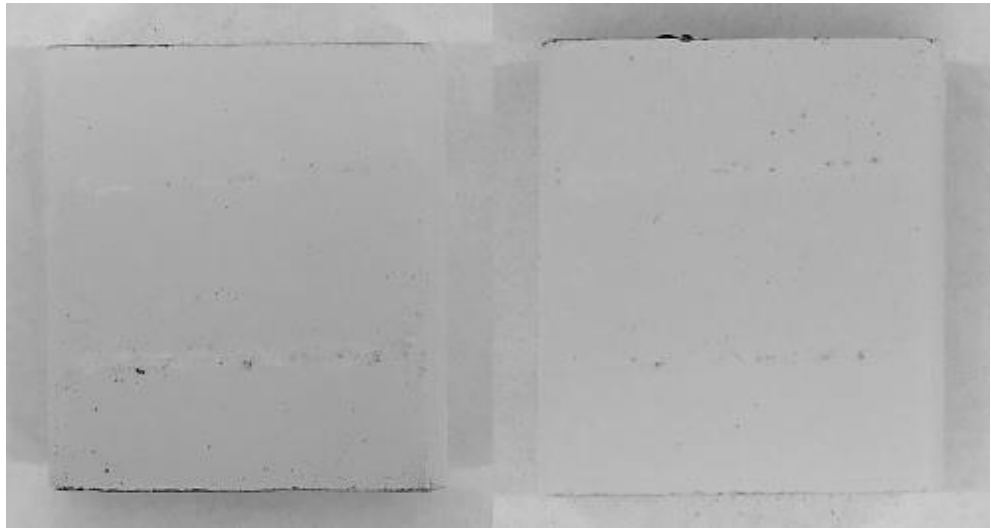


Рисунок 6.43 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (500 циклов)



6.44 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний в количестве 1 000 циклов разрушений системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ на поверхности образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ не обнаружено. Микроструктура покрытий системы Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃ после 1000 циклов представлена на Рисунке 6.45.

Металлографическим анализом установлено:

а) в результате взаимной диффузии между слоями Ni–Co–Cr–Al–Y и Ni–Al наблюдается измененная структура металлических слоёв, на поверхности которой под воздействием внешних факторов (высокотемпературное окисление) сформировался оксидный слой Al₂O₃, который не ухудшил адгезионные свойства керамического слоя;

б) микроструктура сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ характеризуется увеличением размера и уменьшением объёмной доли упрочняющей фазы, что является следствием высокотемпературного воздействия и, впоследствии, причиной ухудшения свойств сплавов в процессе эксплуатации.

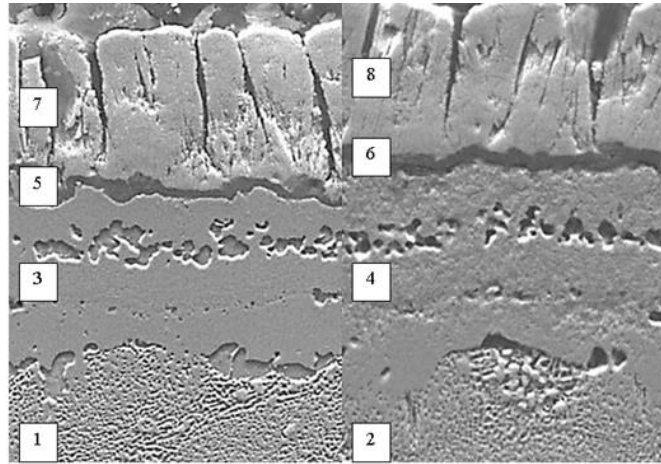


Рисунок 6.45 – Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO_2 – Y_2O_3 после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний, $\times 2\ 000$: 1 – измененная структура сплава марки ЧС88У-ВИ; 2 – измененная структура сплава марки СЛЖС5-ВИ; 3, 4 – измененная структура металлических слоёв Ni–Co–Cr–Al–Y и Ni–Al; 5, 6 – оксидный слой Al_2O_3 (от 7 до 10 мкм); 7, 8 – слой ZrO_2 – Y_2O_3

Внешний вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 / Ni–Al с течением высокотемпературных термоциклических испытаний представлен на Рисунках 6.46...6.48.

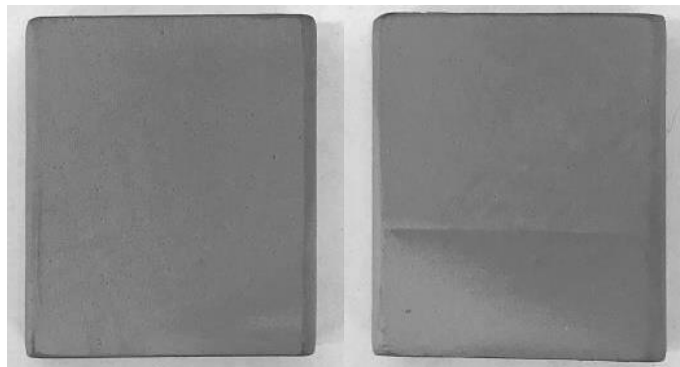


Рисунок 6.46 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 / Ni–Al до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

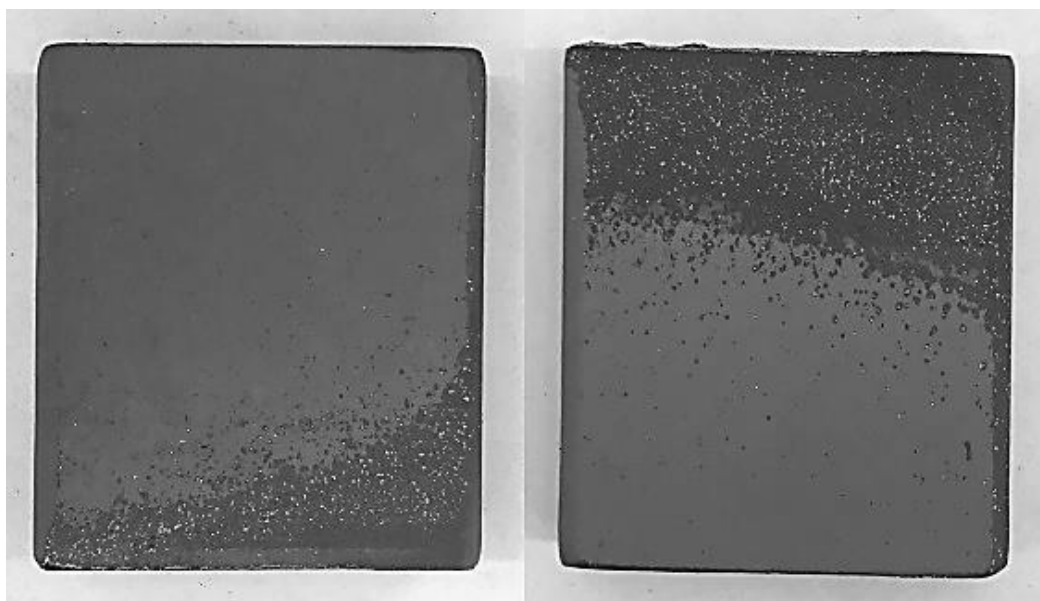


Рисунок 6.47 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ, с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (500 циклов)

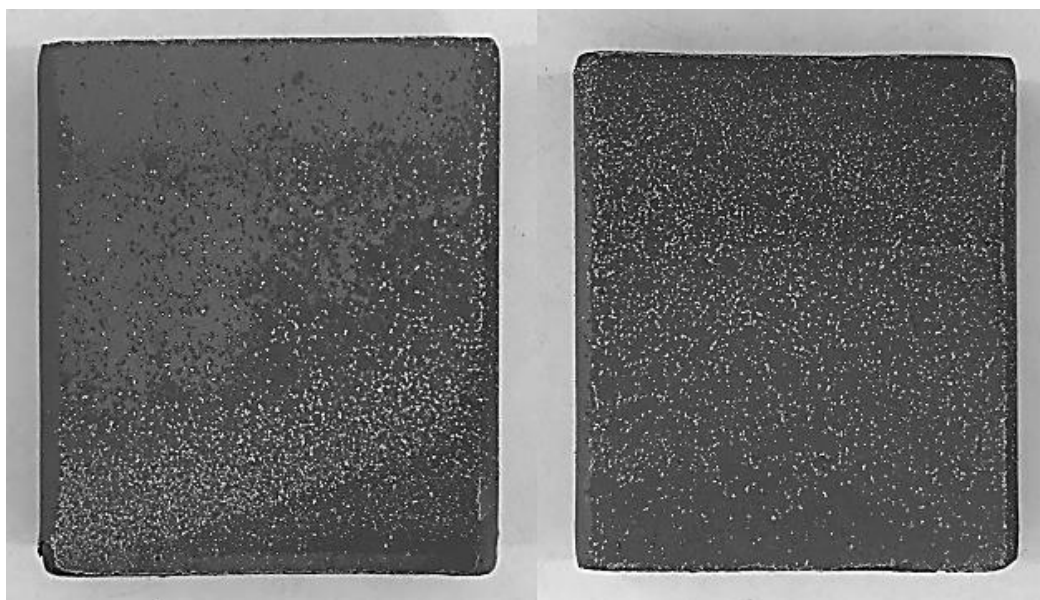


Рисунок 6.48 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний в количестве 1 000 циклов разрушений системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al на поверхности образца из сплава марки ЧС88У-ВИ) не обнаружено.

С течением испытаний визуально отслеживалось появление и изменение цвета побежалости от светло-серых до изумрудно-серых оттенков, что объясняется формированием оксидного слоя на поверхности металлического слоя Ni–Al в системе покрытия.

Внешний вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al с течением высокотемпературных термоциклических испытаний представлен на Рисунках 6.49...6.51.

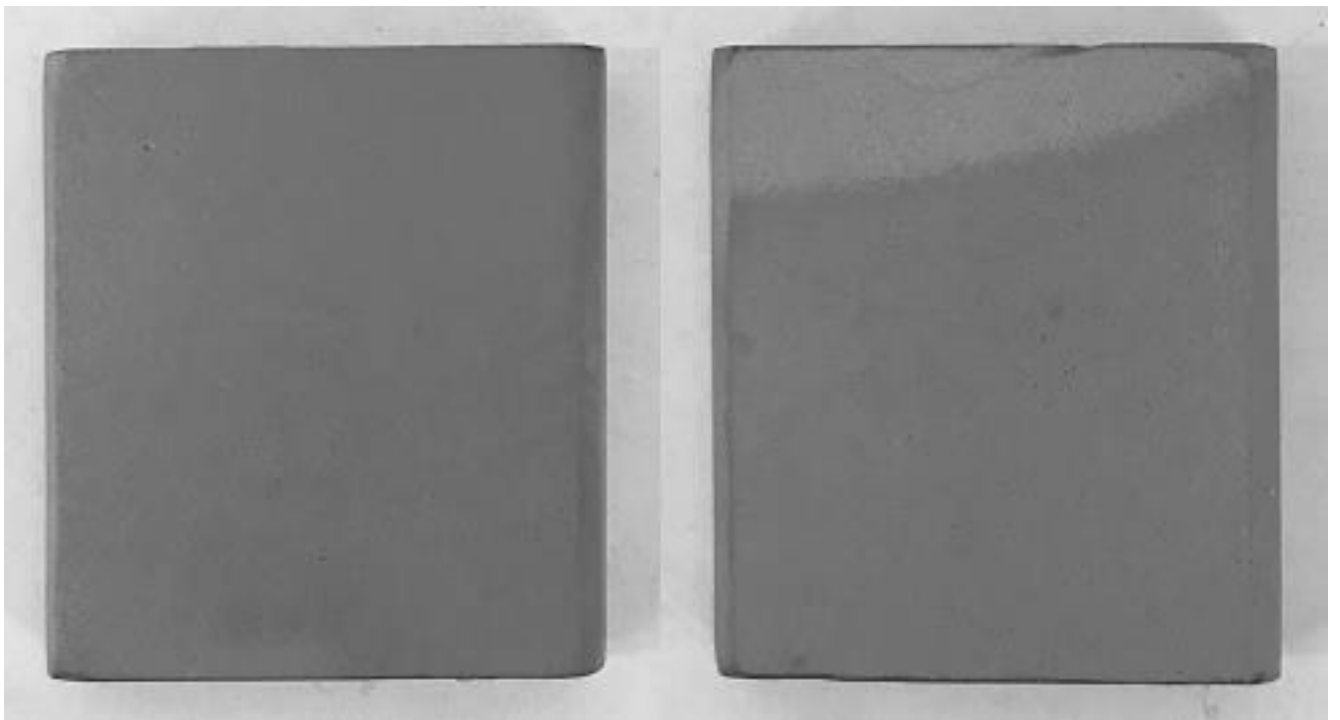


Рисунок 6.49 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний в количестве 1 000 циклов разрушений системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al на поверхности образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ не обнаружено.

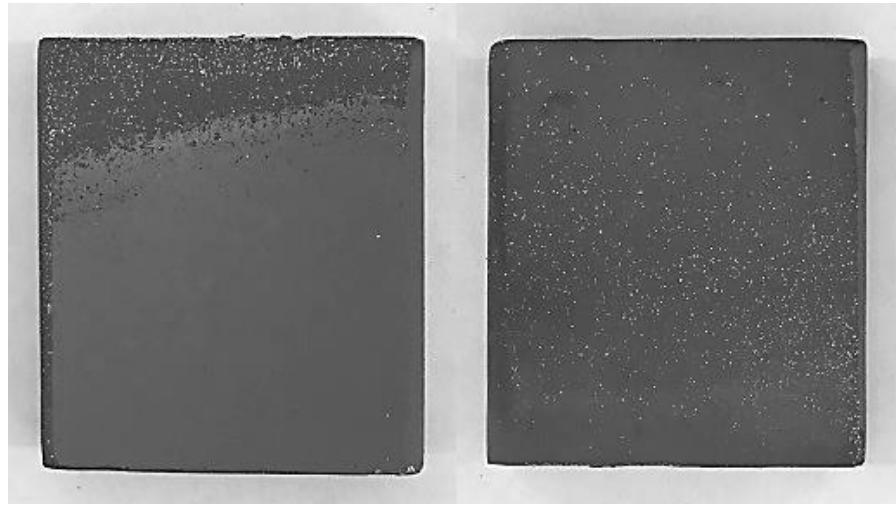


Рисунок 6.50 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (500 циклов)

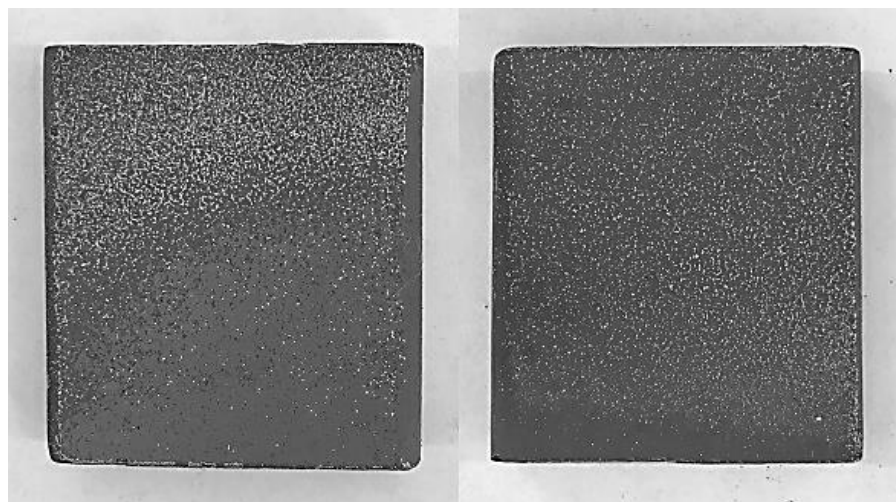


Рисунок 6.51 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

С течением испытаний визуально отслеживалось появление и изменение цвета побежалости от светло-серых до изумрудно-серых оттенков, что объясняется формированием оксидного слоя на поверхности металлического слоя Ni–Al в системе покрытия.

Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний представлены на Рисунке 6.52.

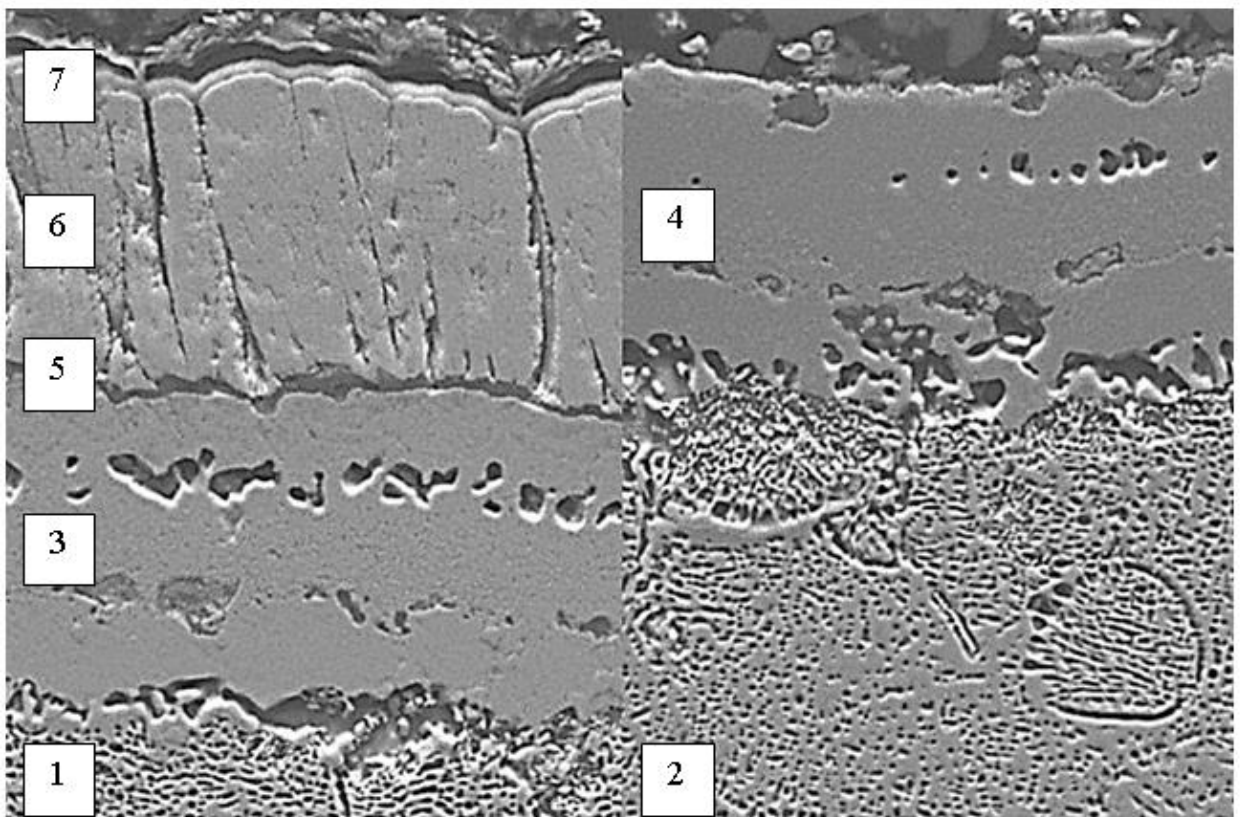


Рисунок 6.52 – Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний ($\times 2\,000$): 1 – измененная структура сплава марки ЧС88У-ВИ; 2 – измененная структура сплава марки СЛЖС5-ВИ; 3, 4 – измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y; 5 – оксидный слой Al₂O₃ (от 1 до 3 мкм); 6 – слой ZrO₂–Y₂O₃; 7 – оксидный слой Al₂O₃ на поверхности слоя Ni–Al с измененной структурой (общая толщина слоёв от 2 до 5 мкм)

Металлографическим анализом установлено:

а) после пробоподготовительной операции произошло интенсивное отслоение керамического слоя в системе покрытия на поверхности сплава марки СЛЖС5-ВИ и менее интенсивное в системе покрытия на поверхности сплава марки ЧС88У-ВИ, что объясняется диффузионными изменениями структуры слоя Ni–Co–Cr–Al–Y и неравномерным формированием на его поверхности оксидного слоя Al_2O_3 , ухудшающего адгезионные свойства керамического слоя;

б) слой Ni–Al в системе покрытия после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний представляет собой слой толщиной в пределах от 2 до 5 мкм, состоящий из продуктов реакции Ni–Al и окислительной атмосферы;

в) микроструктура сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ характеризуется увеличением размера и уменьшением объёмной доли упрочняющей фазы, что является следствием высокотемпературного воздействия и, впоследствии, причиной ухудшения свойств сплавов в процессе эксплуатации.

Внешний вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 с течением высокотемпературных термоциклических испытаний, представлен на Рисунках 6.53...6.56.

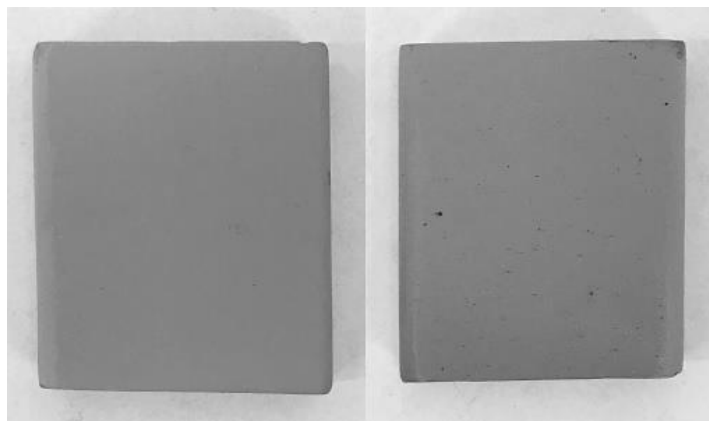


Рисунок 6.53 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO_2 – Y_2O_3 до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

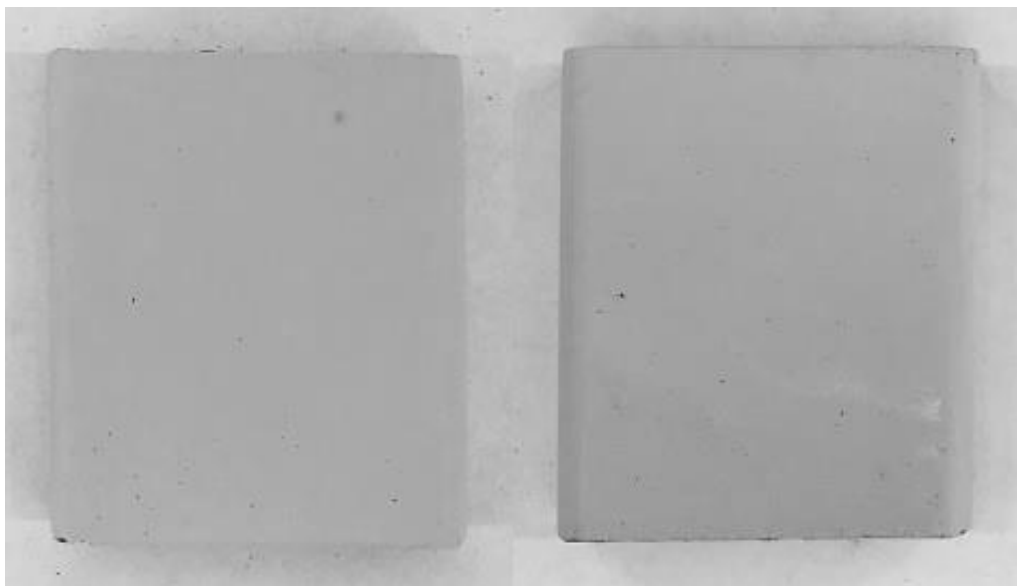


Рисунок 6.54 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (500 циклов)

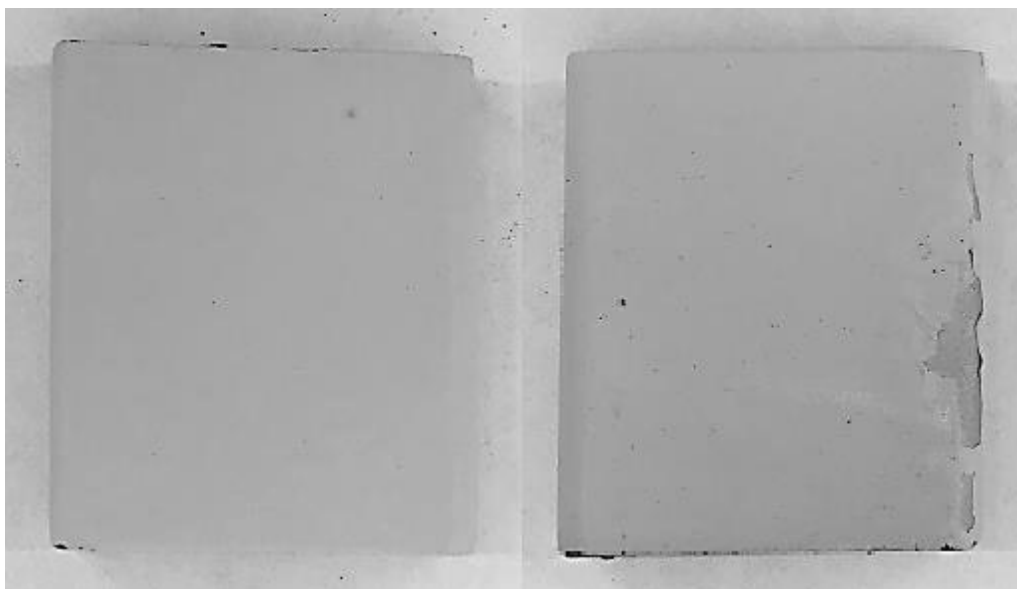


Рисунок 6.55 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (646 циклов)

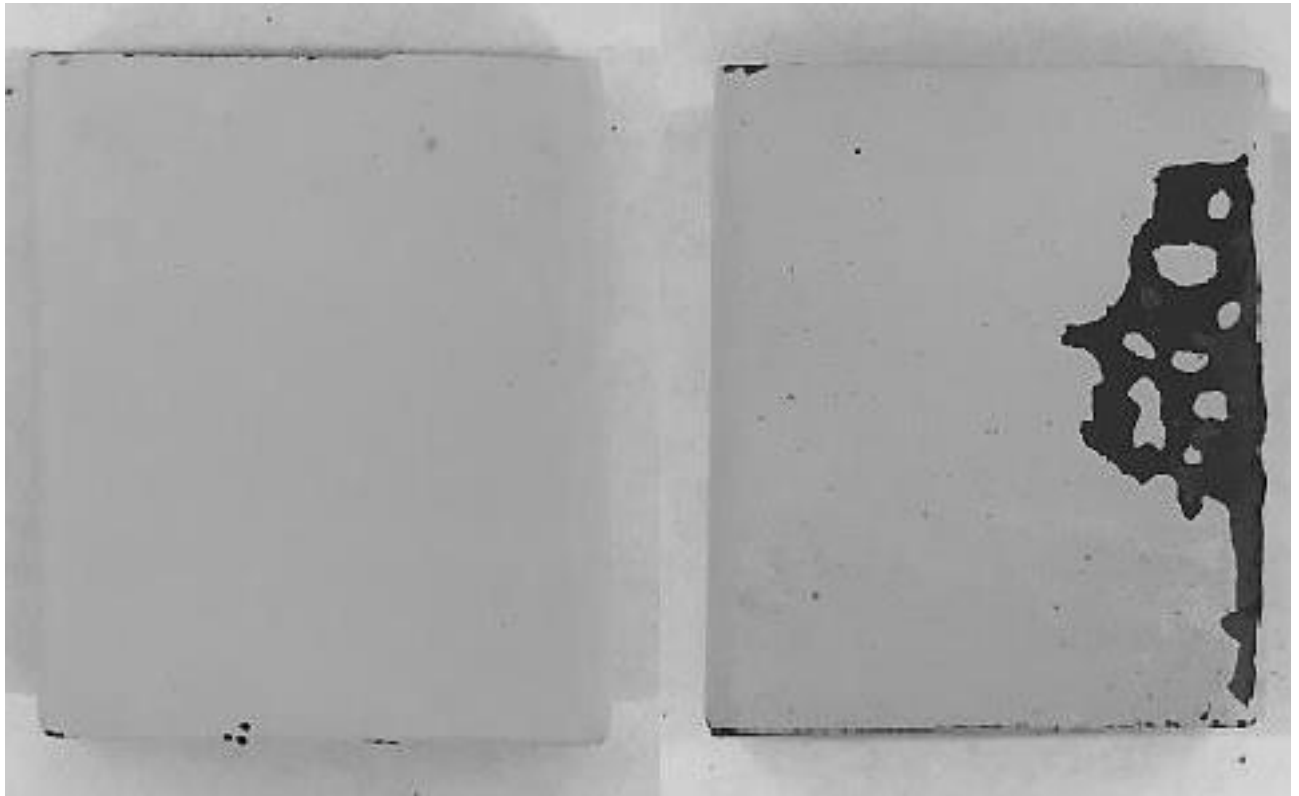


Рисунок 6.56 – Вид образца из сплава марки ЧС88У-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний в количестве 1 000 циклов разрушение системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ на поверхности образца из сплава марки ЧС88У-ВИ составляет от 10 до 15 %, причём начало деградации было зафиксировано после 646 цикла.

Внешний вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ с течением высокотемпературных термоциклических испытаний, представлен на Рисунках 6.57... 6.60.

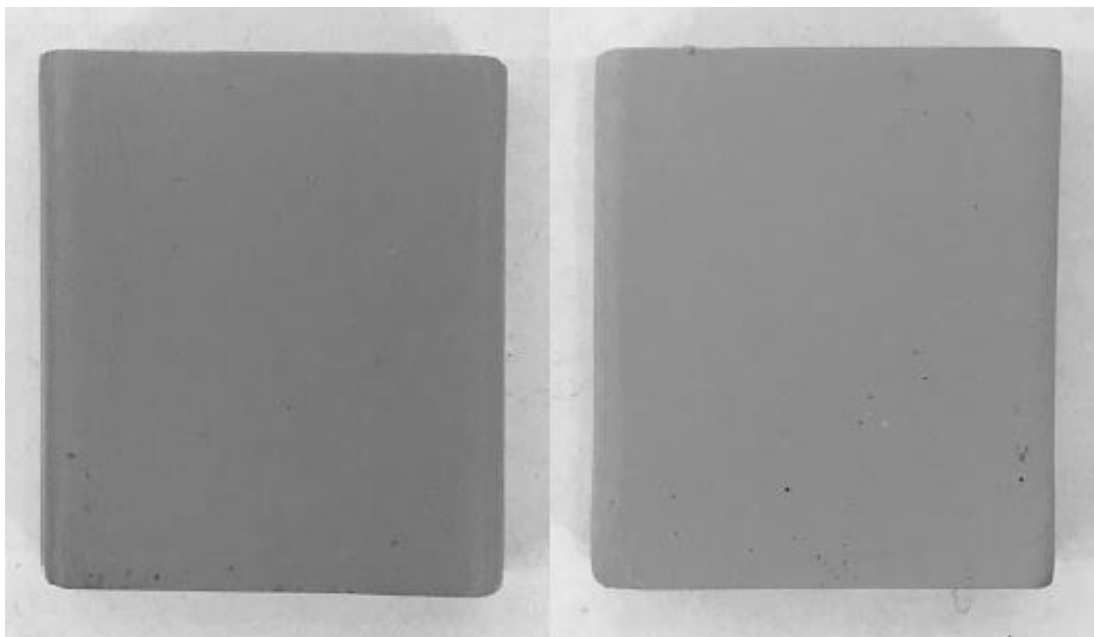


Рисунок 6.57 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ до проведения высокотемпературных термоциклических испытаний

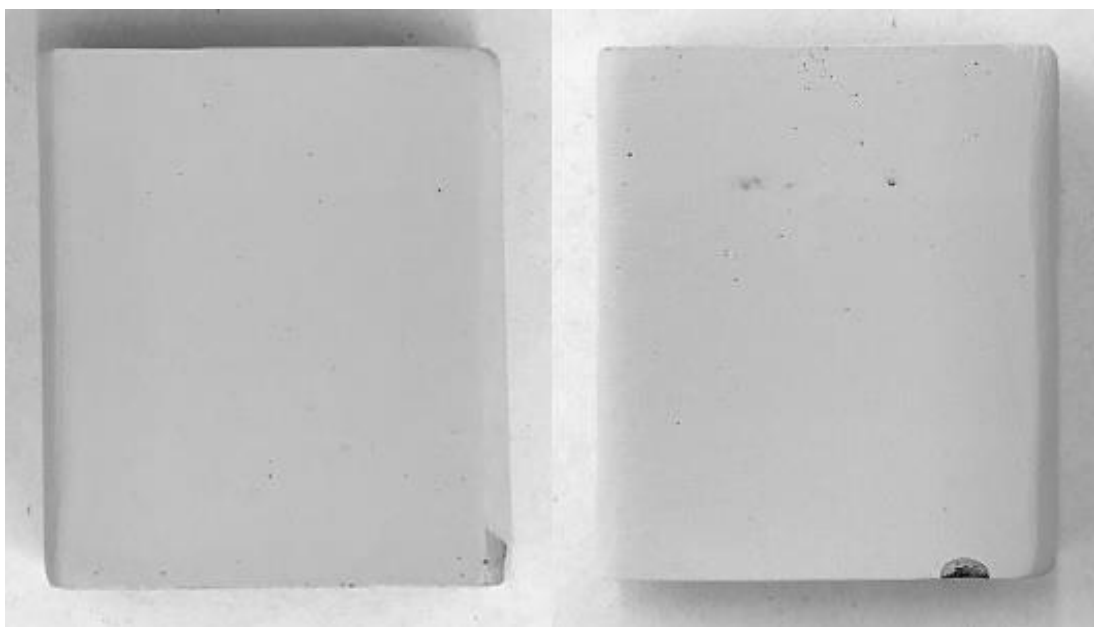


Рисунок 6.58 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (400 циклов)

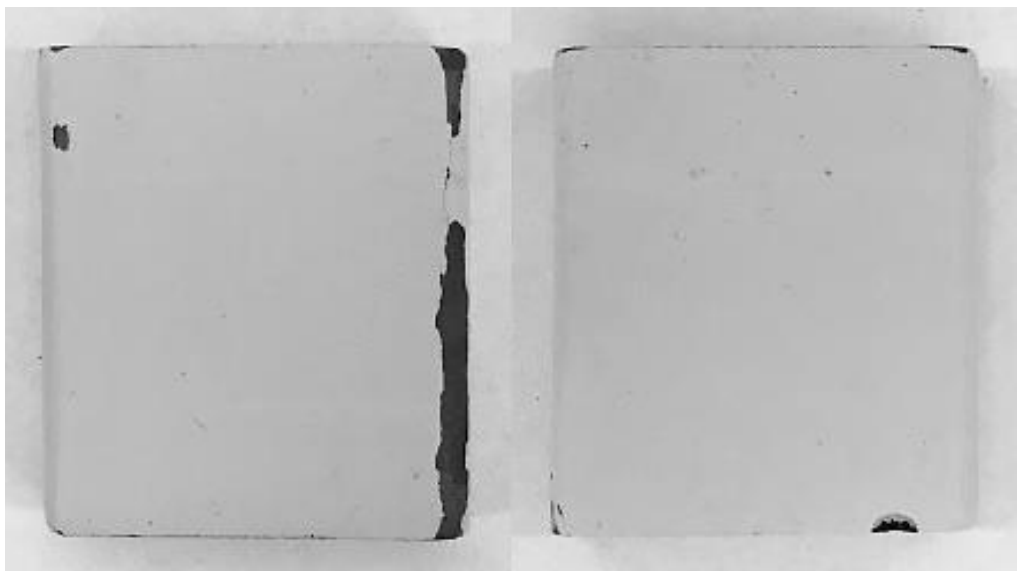


Рисунок 6.59 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (800 циклов)

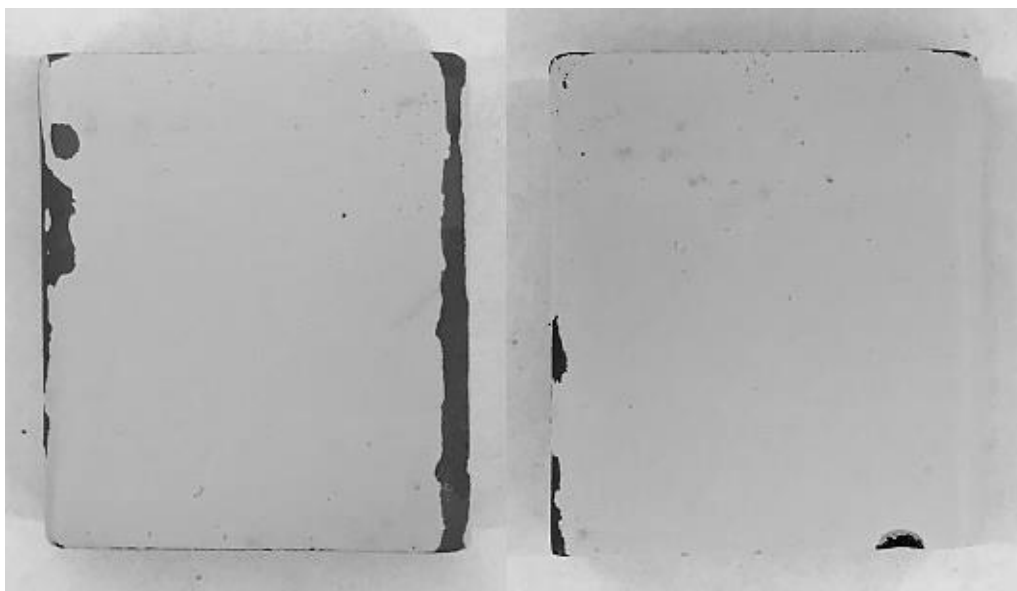


Рисунок 6.60 – Вид образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ с нанесенной на поверхность системой покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний (1 000 циклов)

После проведения высокотемпературных термоциклических испытаний в количестве 1 000 циклов разрушение системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ на поверхности образца из сплава марки СЛЖС5-ВИ составляет от 10 до 15 %, причём начало деградации было зафиксировано после 400 цикла.

Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний представлены на Рисунке 6.61.

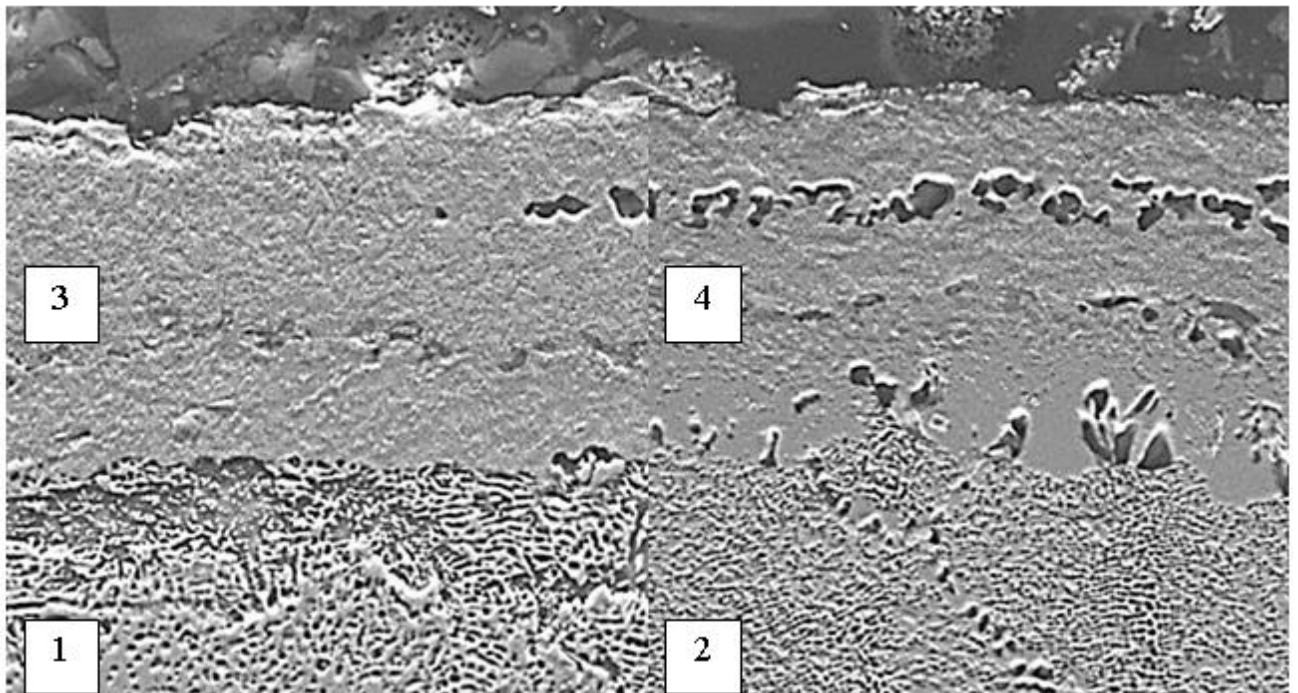


Рисунок 6.61 – Микроструктуры системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ после проведения высокотемпературных термоциклических испытаний ($\times 2\ 000$): 1 – измененная структура сплава марки ЧС88У-ВИ; 2 – измененная структура сплава марки СЛЖС5-ВИ; 3, 4 – измененная структура слоя Ni–Co–Cr–Al–Y

Металлографическим анализом установлено:

а) после пробоподготовительной операции произошло интенсивное отслоение керамического слоя в системе покрытия на поверхностях сплавов

марок СЛЖС5-ВИ и ЧС88У-ВИ. Данный факт объясняется диффузионными изменениями структуры слоя Ni–Co–Cr–Al–Y и неравномерным формированием на его поверхности оксидного слоя Al₂O₃, ухудшающие адгезионные свойства керамического слоя. Также это является следствием локальных нарушений целостности системы покрытия, с течением высокотемпературных термоциклических испытаний;

б) микроструктура сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ характеризуется увеличением размера и уменьшением объёмной доли упрочняющей фазы, что является следствием высокотемпературного воздействия и, впоследствии, причиной ухудшения свойств сплавов в процессе эксплуатации.

На основании результатов проведенных испытаний и выводов металлографических исследований выполнена оценка эффективности систем покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al и Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO₂–Y₂O₃ (Таблица 6.9), по следующим критериям:

а) целостность системы покрытия;

б) количество выдержанных теплосмен до начала деградации системы покрытия;

в) точность воспроизведения параметров системы покрытия.

Из таблицы 6.9 видно, что эффективными свойствами термической стойкости обладает система покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, в которой в результате высокотемпературного воздействия на границе раздела слоёв Ni–Co–Cr–Al–Y и ZrO₂–Y₂O₃ формируется стабильный барьерный слой на основе Al₂O₃, не ухудшающий адгезионные свойства керамического слоя.

Таблица 6.9 – Оценка эффективности систем покрытий

Система покрытия	Марка сплава	Критерии оценки		
		Целостность покрытия	Количество выдержанных теплосмен до начала деградации покрытия	Точность воспроизведения параметров покрытия
Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	+++	1 000	++
	СЛЖС5-ВИ	+++	1 000	++
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃ / Ni–Al	ЧС88У-ВИ	++	1 000	++
	СЛЖС5-ВИ	++	1 000	++
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	+	646	+++
	СЛЖС5-ВИ	+	400	+++
<p>Примечание – «+++» наивысшая оценка; «++» средняя оценка; «+» удовлетворительная оценка; «–» неудовлетворительная оценка.</p>				

6.5 Исследование адгезионных свойств систем покрытий методом склерометрии

Учитывая факт того, что при нанесении различных систем покрытий ионно-плазменным или электронно-лучевым методами в вакууме, на разных поверхностях одной детали толщины системы покрытия могут отличаться, вследствие этого, ниже представлены результаты исследований систем покрытий с двух сторон для всех образцов – сторона с минимальной и сторона с максимальной толщиной системы покрытия.

Внешний вид царапин систем покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, нанесенной на поверхности сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ, представлены на Рисунках 6.62 и 6.63.

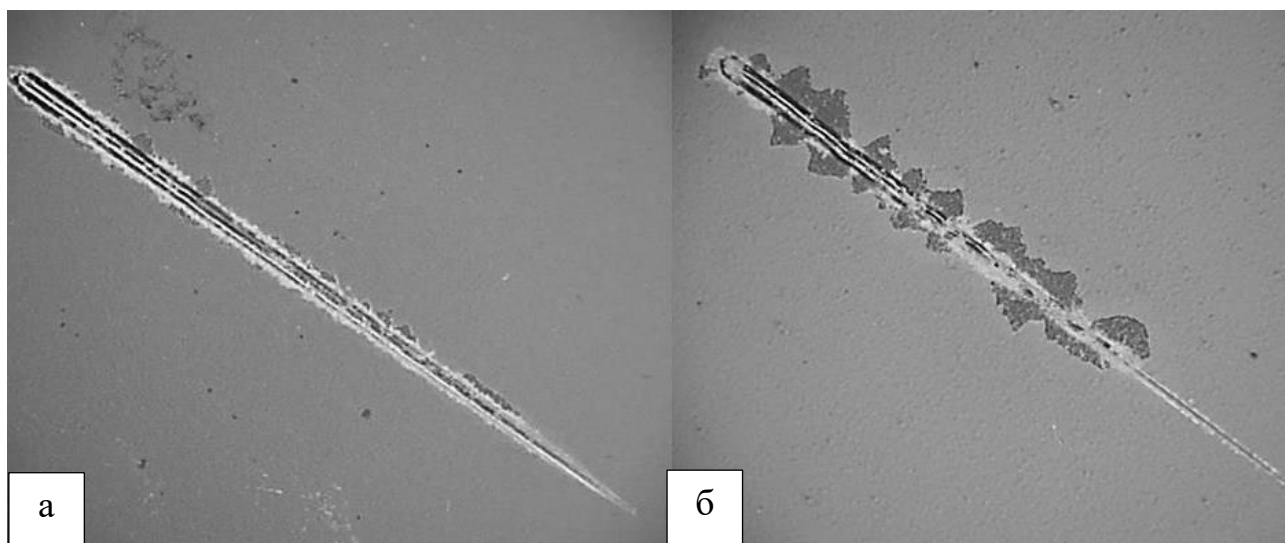


Рисунок 6.62 – Вид царапин системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, нанесенной на поверхности сплава марки ЧС88У-ВИ (× 25):

- а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;
- б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

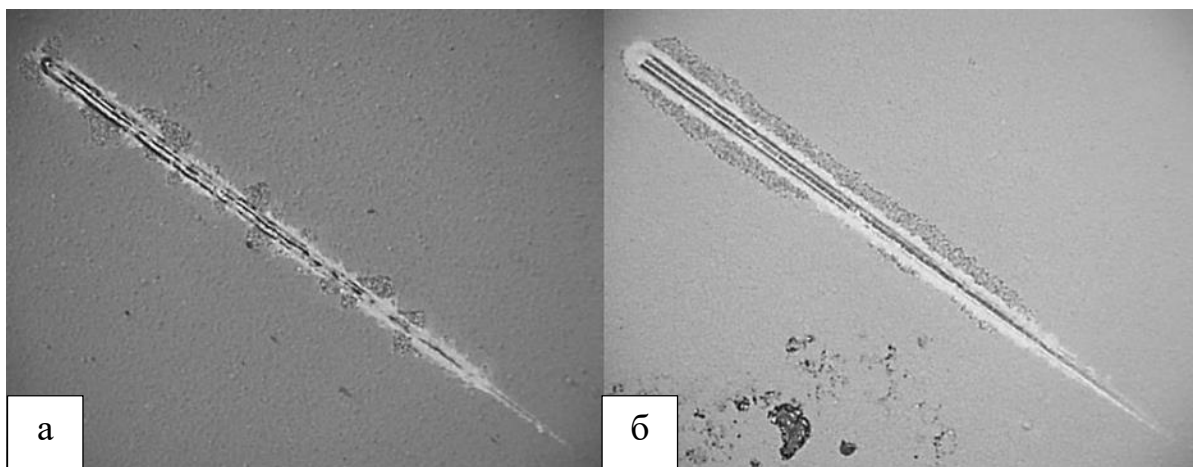


Рисунок 6.63 – Вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, нанесенной на поверхности сплава марки СЛЖС5-ВИ ($\times 25$): а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;
б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

Внешний вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$, нанесенной на поверхности сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ, представлены на Рисунках 6.64 и 6.65.

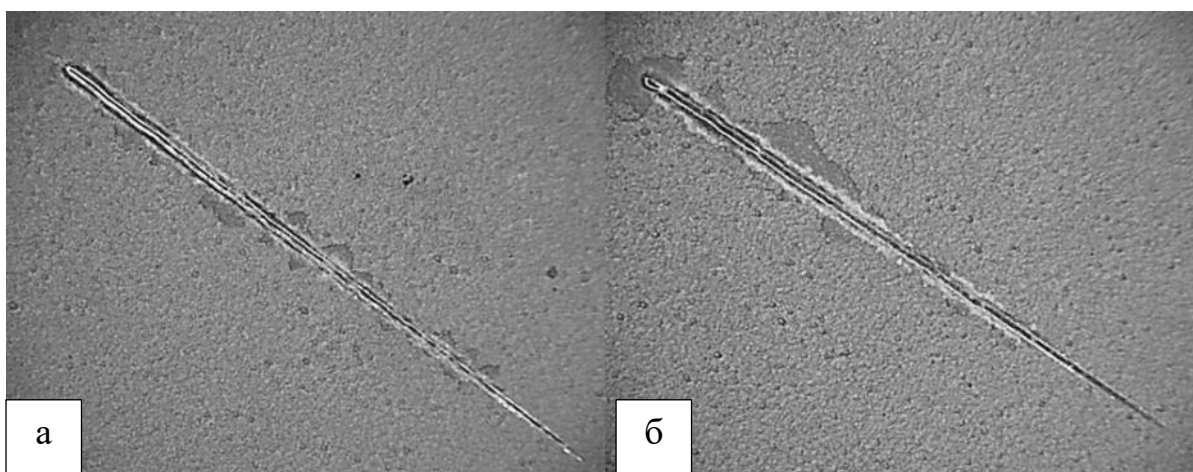


Рисунок 6.64 – Вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$, нанесенной на поверхности сплава марки ЧС88У-ВИ ($\times 25$):
а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;
б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

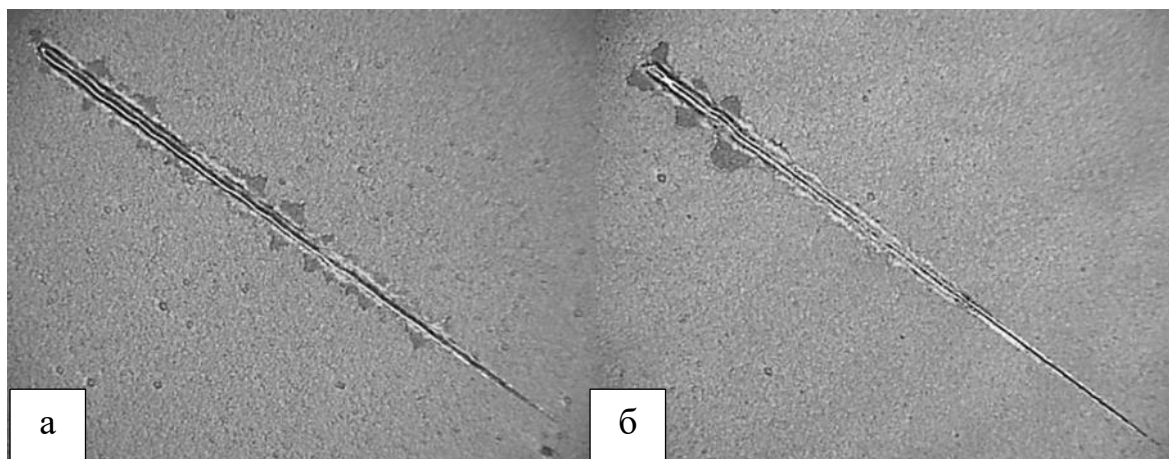


Рисунок 6.65 – Вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$, нанесенной на поверхности сплава марки СЛЖС5-ВИ ($\times 25$):

а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;

б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

Внешний вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ нанесенной на поверхности сплавов марок ЧС88У-ВИ и СЛЖС5-ВИ представлены на Рисунках 6.66 и 6.67.

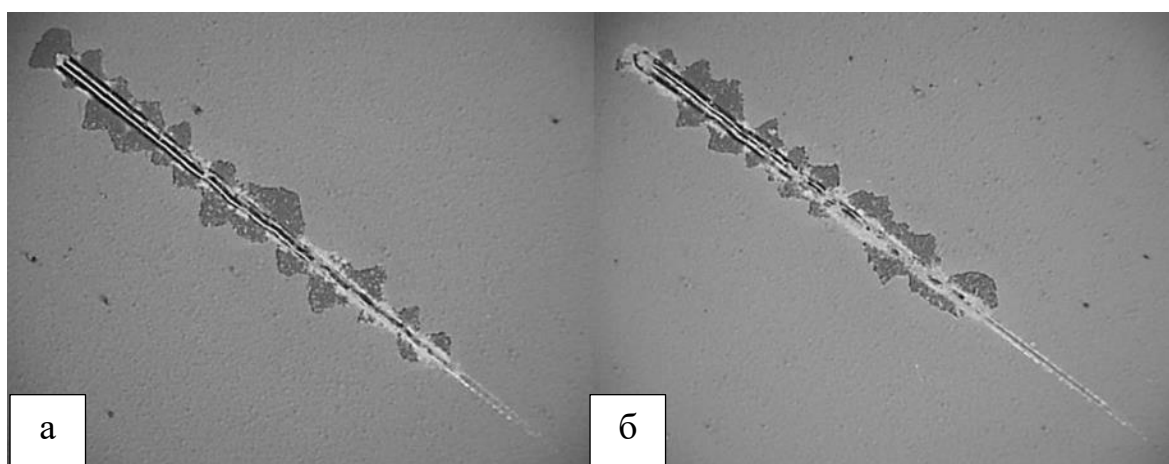


Рисунок 6.66 – Вид царапин системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, нанесенной на поверхности сплава марки ЧС88У-ВИ ($\times 25$):

а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;

б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

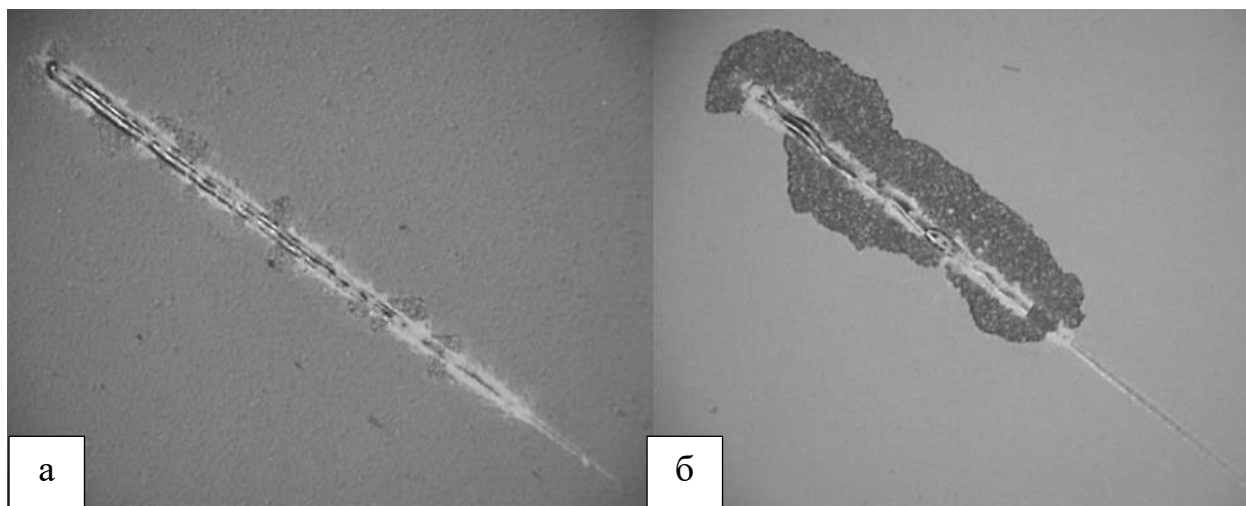


Рисунок 6.67 – Вид царапинсистемы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, нанесенной на поверхности сплава марки СЛЖС5-ВИ ($\times 25$):

а – сторона с минимальной толщиной системы покрытия;

б – сторона с максимальной толщиной системы покрытия

На основании результатов проведенных испытаний и выводов металлографических исследований выполнена оценка эффективности систем покрытий $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ и $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ (таблица 6.10), по следующим критериям:

а) целостность системы покрытия на близлежащих поверхностях к царапине;

б) толщина системы покрытия;

в) критическая нагрузка разрушения системы покрытия;

г) глубина проникновения индентора в систему покрытия, при критической нагрузке.

Таблица 6.10 – Оценка эффективности систем покрытий

Система покрытия	Марка сплава	Критерии оценки			
		Целостность системы покрытия на близлежащих поверхностях к царапине	Толщина системы покрытия, мкм	Критическая нагрузка разрушения системы покрытия, Н	Глубина проникновения индентора в систему покрытия, при критической нагрузке, мкм
Ni-Co-Cr-Al-Y / Ni-Al / ZrO ₂ -Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	+++	от 70 до 74	от 15 до 21	11
		++	от 90 до 104	от 30 до 38	от 16 до 18
	СЛЖС5-ВИ	+++	от 72 до 79	от 22 до 26	от 13 до 16
		++	от 92 до 104	34	от 24 до 26
Ni-Co-Cr-Al-Y /ZrO ₂ -Y ₂ O ₃ / Ni-Al	ЧС88У-ВИ	+++	от 72 до 78	30	от 14 до 18
		++	от 98 до 106	50	от 20 до 25
	СЛЖС5-ВИ	+++	от 71 до 78	38	от 17 до 18
		+++	от 82 до 87	от 70 до 78	от 23 до 25
Ni-Co-Cr-Al-Y / ZrO ₂ -Y ₂ O ₃	ЧС88У-ВИ	+	от 86 до 92	от 43 до 47	от 18 до 20
		+	от 103 до 117	от 61 до 87	от 25 до 30
	СЛЖС5-ВИ	+++	от 77 до 85	от 28 до 35	от 14 до 17
		-	от 121 до 125	от 78 до 84	от 25 до 31
П р и м е ч а н и е – «+++» наивысшая оценка; «++» средняя оценка; «+» удовлетворительная оценка; «-» неудовлетворительная оценка.					

Исходя из данных Таблицы 6.10, можно заключить, что:

а) общее состояние системы покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$ на близлежащих поверхностях к отпечатку индентора и высокие значения прилагаемой нагрузки, до которых система покрытия сохраняет свою целостность, свидетельствуют о том, что металлический слой Ni-Al оказывает эффективное сопротивление механическому воздействию. Также, в виду того, что керамический слой на основе двуокиси циркония, стабилизированного оксидом иттрия, представляет плотную, столбчатую структуру кристаллов, в которой под воздействием внешних механических и внутренних остаточных напряжений образуется разлом неконтролируемой площади, металлический слой Ni-Al при критических нагрузках позволяет минимизировать появления и увеличения площади «незащищенных» участков; б) система покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ характеризуется максимально высокими значениями прилагаемой нагрузки, до которых система покрытия сохраняет свою целостность, но при достижении критических значений происходит резкий, неконтролируемый разлом керамического слоя, образующий «незащищенные» участки большой площади – это является совокупностью воздействия внешних механических и внутренних остаточных напряжений;

в) значениями ниже (критическая нагрузка разрушения системы покрытия) характеризуется система покрытий $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{Ni-Al} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$, но применение слоя Ni-Al на границе раздела слоёв Ni-Co-Cr-Al-Y и $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ позволяет увеличить адгезионные свойства системы покрытия и сохранить её целостность при механических воздействиях.

На основании вышеперечисленных выводов, можно заключить, что наиболее эффективными адгезионными свойствами обладает система покрытия $\text{Ni-Co-Cr-Al-Y} / \text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3 / \text{Ni-Al}$.

6.6 Выводы по Главе 6

1. Разработаны технологии формирования инновационных систем ТБП – Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / YSZ и Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ / Ni–Al, являющиеся вариантами совершенствования системы покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ наносимой по стандартной технологии.

2. Опытным путём доказана эффективность инновационных систем теплозащитных покрытий (Таблица 6.11) по сравнению со стандартной системой покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ:

а) в условиях высокотемпературной солевой коррозии и высокотемпературного окисления при температуре 950 ± 10 °С;

б) в условиях кратковременного циклического высокотемпературного воздействия при температуре 1100 ± 10 °С;

в) при механических воздействиях.

3. На основании выполненных испытаний и исследований изучены и описаны физико-химические процессы, протекающие в системах покрытий и структурах сплавов в условиях высокотемпературной солевой коррозии, кратковременного циклического высокотемпературного воздействия и высокотемпературного окисления – это расширяет информационную базу данных, развивает компетенции и наращивает потенциал отечественных разработок в области теплозащитных покрытий.

Таблица 6.11 – Результаты выполненных испытаний и исследований систем покрытий

Система покрытия	Критерии оценки		
	Эффективность системы покрытия в условиях высокотемпературной солевой коррозии и высокотемпературного окисления при температуре 950±10 °С	Эффективность системы покрытия в условиях кратковременного циклического высокотемпературного воздействия при температуре 1 100±10 °С	Эффективность адгезионных свойств системы покрытия при механических воздействиях
Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / YSZ	++	+++	++
Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ / Ni–Al	+++	++	+++
Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ	+	+	++
<p>Примечание – «+++» наивысшая оценка; «++» средняя оценка; «+» удовлетворительная оценка; «-» неудовлетворительная оценка.</p>			

ГЛАВА 7. ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОПРОБОВАНИЕ РАЗРАБОТАННЫХ СИСТЕМ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ

7.1 Методика проведения производственного опробования разработанных систем теплозащитных покрытий

Испытания разработанных систем теплозащитных покрытий были проведены на установке, имитирующей поток продуктов сгорания углеводородного топлива в условиях высокотемпературной солевой коррозии при температуре $1\,000\pm 50$ °С. Испытания проходили со следующими параметрами:

- температура в рабочей зоне: $1\,000\pm 50$ °С;
- расход дизельного топлива ДТ ЕВРО ГОСТ Р 52368: от 0,75 до 3,00 кг/ч;
- «солевая нагрузка» или количество солей поступивших на поверхность образцов в единицу времени: $2,0\pm 0,5$ г/(м²·ч);
- время экспозиции образцов в «агрессивной среде»: 5 мин;
- время естественного охлаждения образцов на воздухе: 5 мин.

Образцы с нанесенными на их поверхности системами покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / YSZ, Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ / Ni–Al и Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ прошли испытания на базе 100 циклов согласно режиму, представленному в Таблице 7.1.

Таблица 7.1 – Цикл испытаний

Температура в рабочей зоне, °С	Расход дизельного топлива ДТ ЕВРО	Количество солей на поверхности образцов,	Время экспозиции образцов в «агрессивной	Время естественного охлаждения образцов на
--------------------------------	-----------------------------------	---	--	--

Окончание таблицы 7.1:

	ГОСТ Р 52368, кг/ч	г/(м ² ·ч)	среде», мин	воздухе, мин
1 000±50	от 0,75 до 3,00	2,0±0,5	5	5

Расположение образцов в оснастке представлено на Рисунке 7.1. Для имитации конфигурации лопаток при испытаниях на коррозионную стойкость максимальные значения толщин покрытий были получены на одной из малых граней прямоугольного образца; максимальное воздействие газового потока приходилось именно на эту часть образцов.

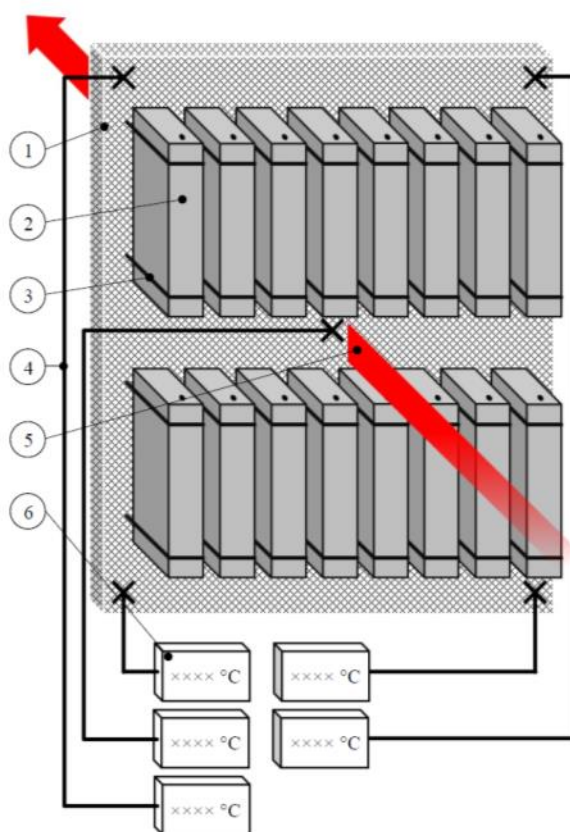


Рисунок 7.1 – Схема компоновки образцов при проведении испытаний:

- 1 – решетка для установки образцов; 2 – испытываемые образцы;
 3 – жаростойкая контрольная проволока; 4 – термопара; 5 – направление
 газового потока; 6 – регистратор температуры

7.2 Результаты проведения производственного опробования разработанных систем теплозащитных покрытий

Микроструктура и химический состав покрытий после 100 циклов испытаний представлены на Рисунках 7.2...7.9 и в Таблице 7.2.

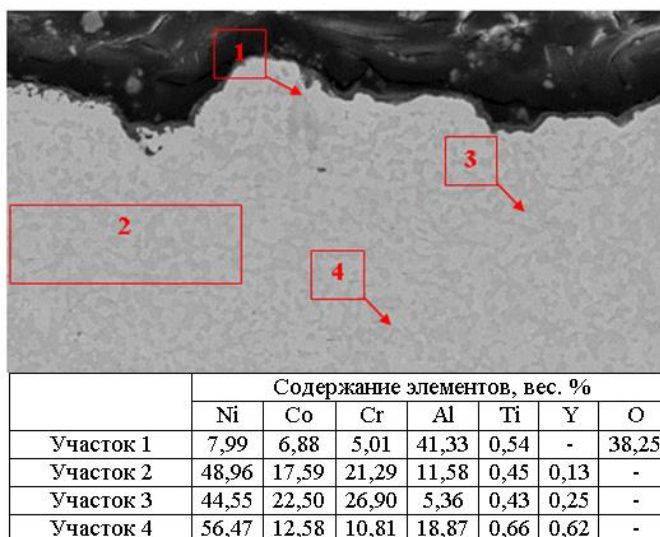


Рисунок 7.2 – Микроструктура и химический состав покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y, $\times 2500$

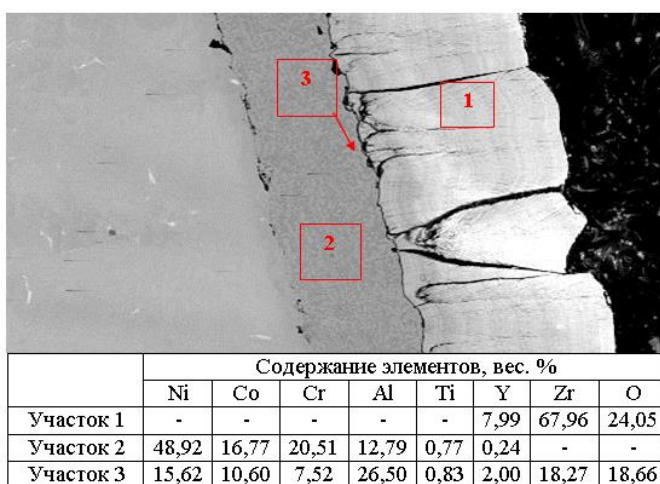


Рисунок 7.3 – Микроструктура и химический состав покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ, $\times 1000$

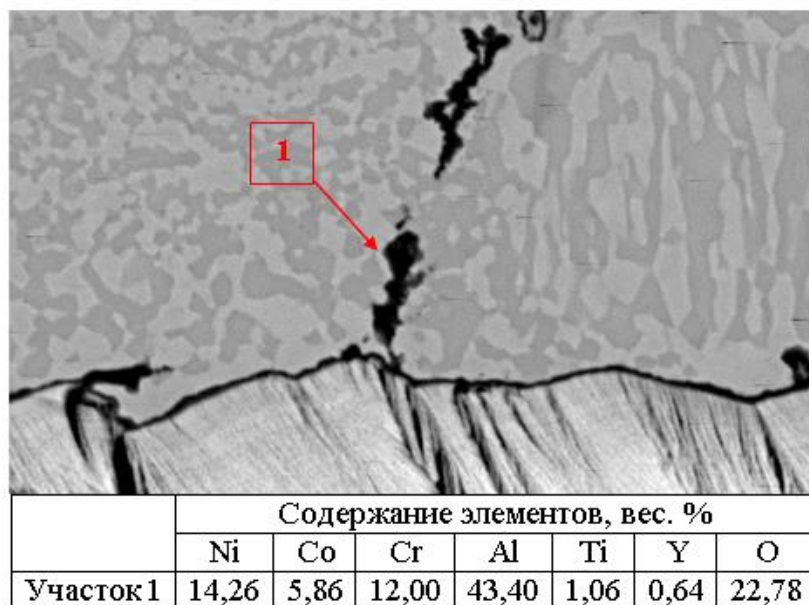


Рисунок 7.4 – Микроструктура и химический состав участка окисления покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / YSZ, $\times 5000$

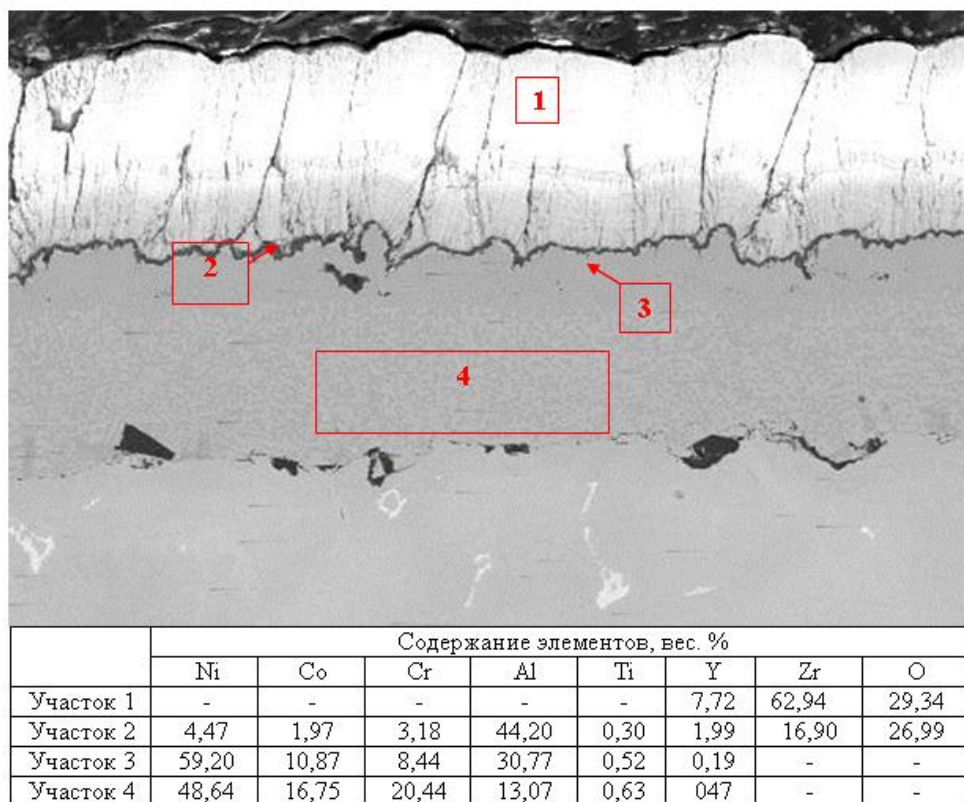


Рисунок 7.5 – Микроструктура и химический состав покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO₂–Y₂O₃, $\times 1000$

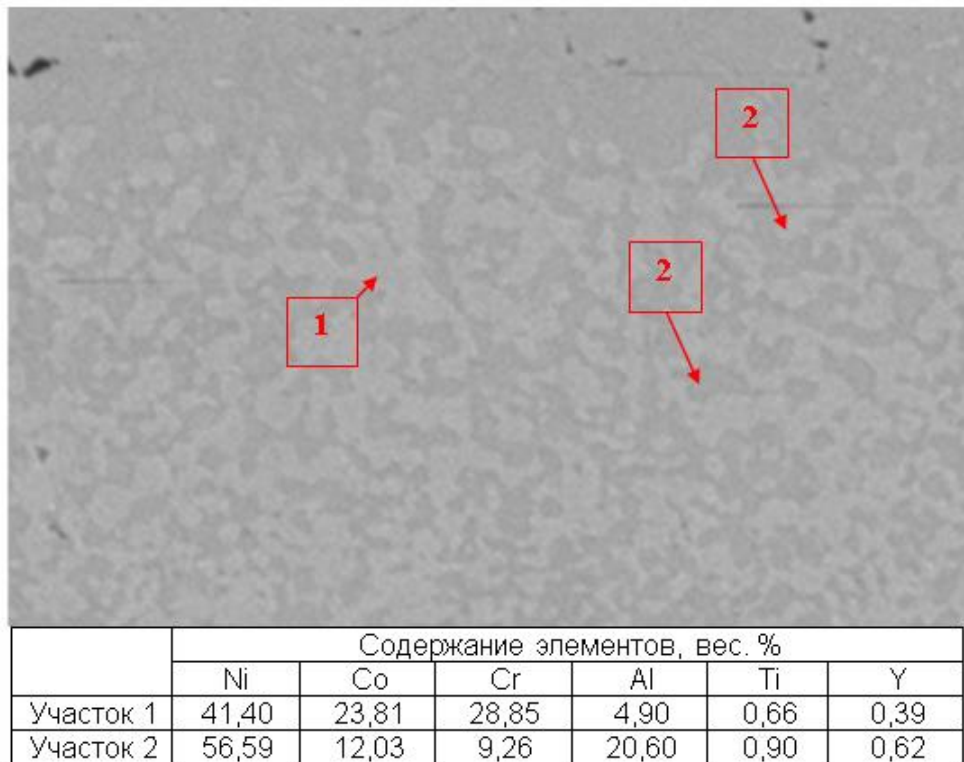


Рисунок 7.6 – Микроструктура и химический состав жаростойкого слоя покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y /Ni–Al /ZrO₂–Y₂O₃, ×5000

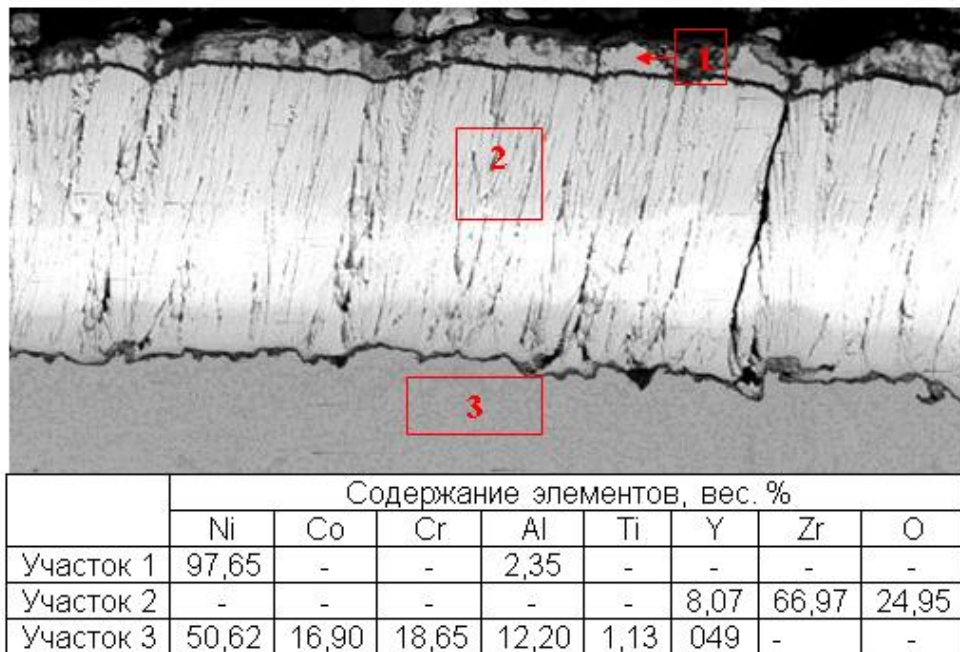
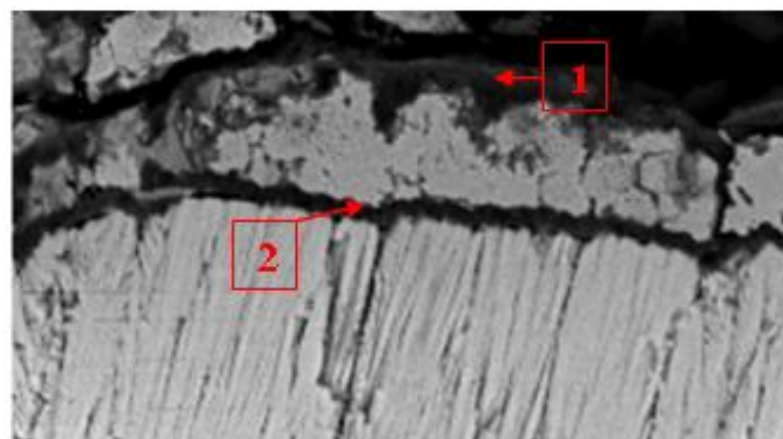
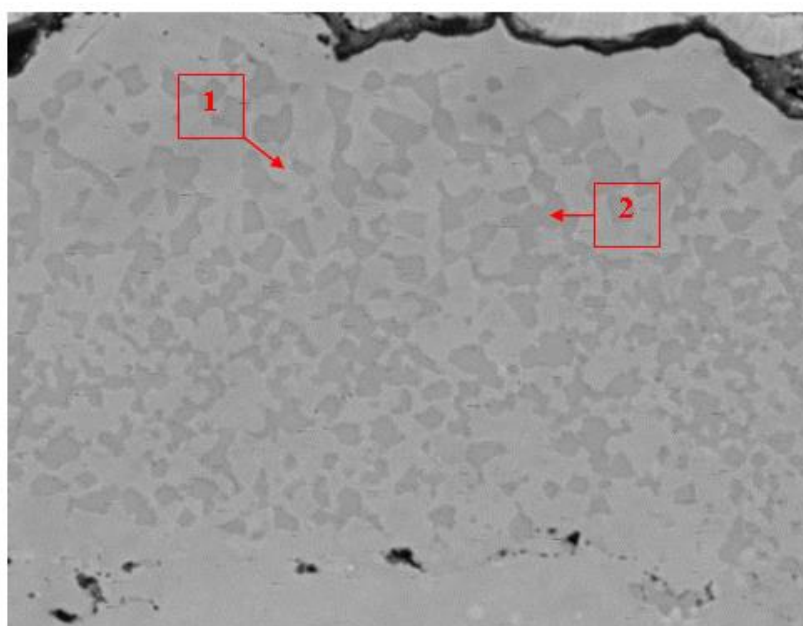


Рисунок 7.7 – Микроструктура и химический состав покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃/ Ni–Al, ×1000



	Содержание элементов, вес. %		
	Ni	Al	O
Участок 1	12,48	48,76	38,76
Участок 2	10,20	54,93	34,88

Рисунок 7.8 – Микроструктура и химический состав слоя Ni–Al покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃/ Ni–Al, ×5000



	Содержание элементов, вес. %					
	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Y
Участок 1	46,46	21,62	25,61	5,42	0,59	-
Участок 2	51,18	12,13	17,82	17,14	1,07	0,66

Рисунок 7.9 – Микроструктура и химический состав жаростойкого слоя покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃/ Ni–Al, ×5000

Коагуляции, растворения упрочняющей γ' -фазы, оплавления эвтектики и коррозионных повреждений материала образцов не выявлено (Рисунок 7.10).

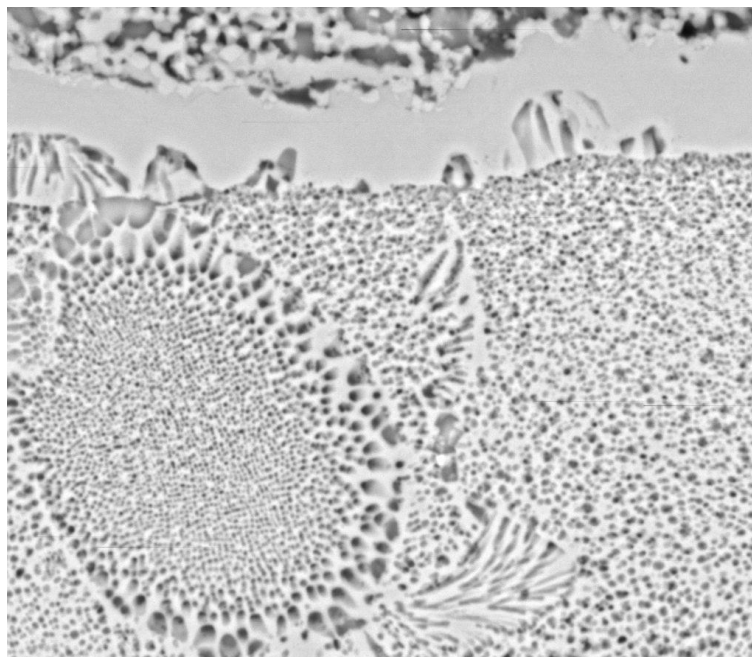


Рисунок 7.10 – Характерная микроструктура материала образцов под покрытием, $\times 5000$

Таблица 7.2 – Характеристики микроструктуры покрытий после испытаний

Система покрытия	Доля β -фазы, %	Глубина обедненного слоя, мкм	Толщина оксидной пленки, мкм
Ni–Co–Cr–Al–Y	38,8...43,2	3,0...5,0	1,0...2,0
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	42,4...44,6	1,0...2,7	0,6...1,5
Ni–Co–Cr–Al–Y / Ni–Al / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃	58,4...58,7	1,0...1,3	1,6...1,8
Ni–Co–Cr–Al–Y / ZrO ₂ –Y ₂ O ₃ / Ni–Al	46,9...50,4	1,0...2,7	1,9...2,5

7.3 Выводы по Главе 7

На основании данных, полученных в результате испытаний разработанных систем теплозащитных покрытий на испытательной установке, имитирующей поток продуктов сгорания углеводородного топлива в условиях высокотемпературной солевой коррозии при температуре $1\,000 \pm 50$ °С, можно сделать вывод о том, что наиболее эффективно от воздействия агрессивной коррозионной среды в условиях высоких температур в сочетании с эрозионным воздействием газового потока показали себя разработанные системы теплозащитных покрытий Ni–Co–Cr–Al–Y /Ni–Al /ZrO₂–Y₂O₃ и Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃ / Ni–Al ввиду наибольшего количества сохранившейся жаростойкой β-фазы в жаростойком покрытии Ni–Co–Cr–Al–Y и наименьшей глубины обеднённого слоя жаростойкого покрытия по сравнению с серийной технологией теплозащитного покрытия Ni–Co–Cr–Al–Y /ZrO₂–Y₂O₃. Таким образом, введение дополнительного слоя NiAl, сформированного электронно-лучевым испарением с конденсацией из паровой фазы, эффективно защищает основной жаростойкий слой и защищаемый сплав в условиях, схожих с условиями работы ГТД.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации решена актуальная научная задача разработки методов управления процессом формирования структуры поверхностного слоя рабочей лопатки ГТД при нанесении теплозащитных покрытий.

Проведен анализ основных технологических параметров, влияющих на качество нанесения покрытий, сформулированы наиболее оптимальные режимы, способные продлить ресурс покрытий и деталей из защищаемого сплава.

1. Рассмотрены способы подготовки поверхности деталей из защищаемого сплава перед нанесением покрытий. Установлено влияние каждого из способов на долговечность покрытий, предложен наиболее оптимальный из них – электролитно-плазменная полировка ввиду отсутствия негативного влияния с точки зрения поверхностных напряжений и микроструктуры материала подложки.

2. Проанализированы технологические параметры нанесения керамических покрытий, сформированных электронно-лучевым осаждением в вакууме. Выявлены закономерности, влияющие на микроструктуру и свойства керамических покрытий, а именно установлено влияние тока подогрева поверхности и скорости вращения штока на микроструктуру керамических покрытий.

3. Установлено влияние расположения покрываемых деталей относительно оси вращения штока: совмещение оси вращения детали и оси вращения штока позволило получить равномерное керамическое покрытие с вертикально ориентированными кристаллами, что является критерием качества процесса нанесения керамических покрытий электронно-лучевым методом в вакууме.

4. Разработана математическая модель, описывающая взаимосвязь технологических параметров нанесения керамических покрытий и толщины керамического слоя при электронно-лучевом осаждении в вакууме. На

основании математической модели предложен метод контроля толщины покрытий, позволяющий:

- повысить точность контроля толщины покрытий;
- корректировать показания весового датчика установки;
- отказаться от проведения разрушающего контроля для определения толщины покрытия при достаточной степени достоверности прогнозируемых данных.

5. Разработаны способы получения теплозащитных покрытий, сформированных электронно-лучевым осаждением в вакууме, основанные на создании дополнительного микрослоя на основе моноалюминид никеля:

- между основным жаростойким и керамическим слоями;
- на поверхности керамического слоя.

Применение дополнительных микрослоев позволило повысить долговечность системы теплозащитных покрытий в условиях высокотемпературных циклического (в среднем на 78 %) и коррозионного воздействия (в среднем на 18 %). Также применение микрослоя на поверхности керамики привело к увеличению адгезионной прочности всей системы покрытия (уменьшению площади скола покрытия) в среднем на 80 %.

Повышение долговечности систем теплозащитных покрытий с микрослоями на основе моноалюминид никеля в условиях высокотемпературного воздействия связано с сохранением фазовой стабильности основного жаростойкого слоя (присутствие микрослоя на поверхности керамического покрытия увеличило количество β -фазы на 12 %; в случае промежуточного расположения между металлическим и керамическим слоями - на 35 %).

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. **Guo, H.B.** Thermal fatigue behavior and failure mechanism of gradient thermal barrier coatings by electron beam physical vapor deposition [Текст] / H.B. Guo // Beijing University of Aeronautics and Astronautics, PhD Thesis, 2001.
2. **Афиногенов, А.И.** Повышение жаростойкости титана методом алюминирования в расплавленных солевых средах [Текст] / А.И. Афиногенов, Г.И. Беляева, Н.Г. Иющенко, В.Ф. Звонцов // В кн.: Защитные покрытия на металлах. Киев. "Науковадумка", 1975, вып. 9, с. 72–75.
3. **Seelig, R.P.** High-temperature resistant coatings for superalloy [Текст] / R.P. Seelig, R.J. Stueber // High temperatures — 1978. — 10, N 2. — P. 207—213.
4. **Duhl, D.N.** Directional structure for advanced aircraft turbine blades [Текст] / D.N. Duhl, E.R. Thompson // J. Aircraft. — 1977. — 14, N 6. — P. 521—526.
5. **Белтран, А.М.** Высокотемпературная коррозия [Текст] / А.М. Белтран, Д.А. Шорес // Жаропрочные сплавы; Под ред. Ч. Симса, В. Хагеля. — М. : Металлургия, 1976. — с. 293—320.
6. **Liebert, C. H.** Tests of NASA ceramic thermal barrier coating for gas turbines [Текст] / C. H. Liebert // Thin Solid Films. — 1979. — 64, N 2. — P. 329—333.
7. **Пат. 4055705 США, $\text{Ic}^3\text{B32B}$ 15/04.** Thermal barrier coatings S. Stecura, C. H. Leibert. – Оpubл. 25.10.77.
8. **Levine, S. R.** Thermal barrier coatings for aircraft gas turbines [Текст] / S. R. Levine, S. A. Stecura // 1980, – 5 p. – (AIAA pap.; N 0392).

9. **Patten, J.W.** Recent development in the application of high-rate sputtering technology to the formation of hot corrosion resistant metallic coatings on marine gas turbine first-stage vanes and blades [Текст] / J. W. Patten, D. D. Hays, R. W. Moss, J. W. Fairbanks // Proc. Tokyo joint gas turbine Congr., 1977. — Tokyo, 1977 — P. 527—537.

10. **Пат. 4101714 США, Ic2 B32 15/00.** High-temperature oxidation resistant dispersion strengthened nickel-chromium alloys /J.R. Rairden. — Оpubл. 18.07.78.

11. **Пат. 4109061 США, Ic2 B32 15/00.** Method for altering the composition and structure of aluminium bearing overlay alloy coatings during deposition from metallic vapor / H.A. Beale, T.E. Strangman, E.W. Taylor.— Оpubл. 22.08.78.

12. **Мовчан, Б.А.** Применение электроннолучевого испарения для получения жаростойких покрытий [Текст] / Б.А. Мовчан, И.С. Малахиенко // Высокотемпературная защита материалов : Тр. IX Всесоюз. совещ. по жаростойким покрытиям, Запорожье, 11 – 13 сент., 1979 г. –Л. : Наука, 1981. – с. 99–103.

13. **Никитин, В.И.** Высокотемпературная коррозия и применение покрытий для защиты лопаточного аппарата ГТУ [Текст] / В.И. Никитин, И.П. Комиссарова, Б.А. Мовчан, И.С. Малашенко // Энергомашиностроение, – 1981. – № 9. – с. 21–26.

14. **Owczarski, W.A.** Coatings and advanced ceramics systems in aircral Mater and Soc. [Текст] / W.A. Owczarski // – 1984, – 8, N 2, – P. 441–451.

15. **Авиационные правила. Часть 34** Охрана окружающей среды. Эмиссия загрязняющих веществ авиационными двигателями. Нормы и испытания [Текст] //. Межгосударственный авиационный комитет. 2003.

16. **Международный стандарт ИКАО** Охрана окружающей среды. Приложение 16 к Конвенции о международной гражданской авиации: том 2 «Эмиссия авиационных двигателей», издание второе, июль 1993.

17. **Каблов, Е.Н.** Литые лопатки газотурбинных двигателей (сплавы, технологии, покрытия) [Текст] / Е.Н. Каблов // М., МИСИС, 2001. – 632 с.

18. **Епишин, А.И.** Структура, анизотропия физико–механических свойств и механизмы высокотемпературной ползучести монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов [Текст] / А.И. Епишин, И.Л. Светлов, У. Вгюеснер // Материаловедение. – 1999. – № 3 – с. 32–42.

19. **Шалин, Р.Е.** Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов [Текст] / Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б. // М: Машиностроение, 1997. – 336 с.

20. **Курц, В.** Направленная кристаллизация эвтектических материалов [Текст] / В. Курц, П.Р. Зам // М.: Металлургия, 1980. – 272 с.

21. **Поппель, С.И.** Теория металлургических процессов [Текст] / С.И. Поппель, А.И. Сотников, В.Н. Бороненков // М.: Металлургия, 1986. – 462 с.

22. **Петрушин, Н.В.** Жаропрочные никелевые сплавы низкой плотности [Текст] / Н.В. Петрушин, О.Г. Оспенникова, Е.М. Висик, Л.И. Рассохина, О.Б. Тимофеева // Литейное производство. – №6. – 2012 г.

23. **Шалин, Р.Е.** Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов [Текст] / Р.Е.Шалин, И.Л. Светлов, Е.Б. Качалов и др. // М.: Машиностроение, 1997. – С. 5–7.

24. **Тамарин, Ю.А.** Жаростойкие диффузионные покрытия лопаток ГТД [Текст] / Ю.А. Тамарин // М., Машиностроение, 1978, – 132 с.

25. **Fan, X.** Mo₅Si₃-B and MoSi₂ deposits fabricated by radio frequency induction plasma spraying [Текст] / X. Fan, T. Ishigaki // Journal of Thermal Spray Technology, 10(4) (2001), P. 611–617.
26. **Hhor, K. F.** Plasma spraying of titanium aluminide coatings: Process parameters and microstructure [Текст] / K. F. Hhor, Y. Murakosh, M. Takahashi, T. Sano // Journal of Materials Processing Technology, 48 (1995), P. 413–419.
27. **Malmberg, S.** Effect of plasma spray operating conditions on plasma jet characteristics and coating properties [Текст] / S. Malmberg, J. Heberlein // Journal of Thermal Spray Technology, 2(4) (1993), 339–344.
28. **Cheang, P.** Thermal spraying of hydroxyapatite (HA) coatings: effects of powder feedstock [Текст] / P. Cheang, K.F. Khor // Journal of Materials Processing Technology, 48 (1995), 429–436.
29. **Tsui, Y.C.** Plasma sprayed hydroxyapatite coatings on titanium substrates Part 1: Mechanical properties and residual stress levels [Текст] / Y.C. Tsui, C. Doyle, T.W. Clyne // Biomaterials, 19(1998), 2015–2029.
30. **Будиновский, С. А.** Ионно–плазменные жаростойкие покрытия с композиционным барьерным слоем для защиты от окисления сплава ЖС36ВИ [Текст] / С.А. Будиновский, С.А. Мубояджян, А.М. Гаямов, С.В. Степанова // МиТОМ. – 2011. – №1. – С. 34–40.
31. **Барабанов, Б.Н.** Аппаратура плазменной технологии высоких энергий – «холодные» системы для генерации плазмы проводящих твердых веществ/ Б.Н. Барабанов, И.Г. Блинов, А.М. Дороднов и др. //ФХТОМ. – 1978. – № 1. – с. 44–51.
32. **Дороднов, А.М.** Холловский торцевой ускоритель плазмы с холодным катодом [Текст] / А.М. Дороднов, С.А. Мубояджян, Я.А. Помелов, Ю.А. Струков // ЖПМТФ. – 1981. – № 1. – с. 35–41.

33. **Смирнов, А.А.** Исследование влияния барьерного слоя на жаростойкость защитного покрытия для лопаток ТВД из сплава ЖС32 [Текст] / А.А. Смирнов, С.А. Будиновский // Труды ВИАМ. – 2017. – № 1. с. 4.

34. **Яковчук, К.Ю.** Теплопроводность и термоциклическая долговечность конденсационных теплозащитных покрытий [Текст] / К.Ю. Яковчук // Современная электрометаллургия. – 2014. – № 4. – с. 25–31.

35. **Patten, I.W.** Recent development in the application of high-rate sputtering technology to the formation of hot corrosion resistant metallic coatings on marine gas turbine first-stage vanes and blades [Текст] / I.W. Patten, D.D. Hays, R.W. Moss, J.W. Fairbanks // Proc. Tokyo joint gas turbine Congr., 1977.— Tokyo, 1977. — P. 527—537.

36. **Owczarski, W.A.** Coatings and advanced ceramics systems in aircraft gas turbines [Текст] / W.A. Owczarski // Mater and Soc.— 1984.— 8, N 2.— P. 441—451.

37. **Levine, S.R.** Thermal barrier coatings for heat engine components [Текст] / S.R. Levine, R.A. Miller, P.E. Hodge // SAMPE Quart.— 1980 — 12, N 1.— P. 20—26.

31. **Goward, G.W.** Protective coatings for high-temperature alloys. State of technology [Текст] / G.W.Goward // Proc. Symp. Properties of high-temperature alloys, Las Vegas, 1976.— Princeton (N. J.), 1976,— P. 806—823.

32. **Бокштейн, С.З.** Сопротивление термической усталости жаропрочных сплавов с защитными покрытиями [Текст] / С. З. Бокштейн, Н.Г. Бычков, Р.А. Зайцев и др. // Пробл. прочности. — 1980, — № 4 — с. 59—63.

38. **Коломыцев, П.Т.** Жаростойкие диффузионные покрытия [Текст] / П.Т. Коломыцев // М. : Metallurgia, 1979,— 272 с.

39. **Jackson, M.R.** Protective coatings for superalloys and the use phase diagrams [Текст] / M.R. Jackson, J.R. Rairden // Application of phase diagrams in metallurgy and ceramics. 1978. — Vol. 1.— P. 423—439. — NBS Spec. publ. Dep., [N] 496)
40. **Пат. 3928026 США, $\text{Ic}^3\text{C22C 30/00}$.** High-temperature nicocraly coatings [Текст] / R.J. Hecht, R.W. Goward, R. C.Elam.— Оpubл. 23.12.75.
41. **Kvernes, I.A.** The role yttrium in high-temperature oxidation behavior of Ni — Cr — Al alloys [Текст] / I.A. Kvernes // Oxid Metals.— 1973.— 6, N 1,— P. 45—64.
42. **Stringer, J.** High-temperature corrosion and coating of superalloys [Текст] / J. Stringer, D.P. Whittle // High-Temperature Materials in Gas Turbines.— Amsterdam; N. Y. Elsevier. 1974. — P. 283—314.
43. **Бокштейн, Б.С.** Термодинамика и кинетика диффузии в твердых телах [Текст] / Б.С. Бокштейн, С.З. Бокштейн, А.А. Жуховицкий // М. : Металлургия. — 1974. — 280 с.
44. **Альтман, М. Б.** К вопросу о повышении свойств силуминов [Текст] / М.Б. Альтман, Г.Б. Строганов, Н.С. Постников // Сплавы цветных металлов : К 70-летию акад. А. А. Бочвара, — М, 1972,— с. 180—186.
45. **Данилин, Б.С.** Магнетронные системы ионного распыления материалов [Текст] / Б.С. Данилин, В.К. Сырчин // Приборы и техника эксперимента. — 1978. — Вып. 4.— с. 7—18.
46. **Lowrie, R.** Composite coatings of CoCrAlY plus platinum [Текст] / R. Lowrie, D.H. Boone // Thin Solid Films. — 1977, — 45, N 3,— P. 491—498.
47. **Мовчан, Б.А.** Структура и свойства конденсированных защитных покрытий NiCrAlY, полученных электроннолучевым испарением [Текст] / Б.А. Мовчан, И.С. Малашенко, П.А. Пап и др. // Вып. 9. — с. 57—66.

48. **Малашенко, И.С.** Повышение долговечности лопаток транспортных ГТУ путем применения защитных покрытий [Текст] / И.С. Малашенко, Г.Ф. Мьяльница, О.Г. Жирицкий // Пробл. спец, электрометаллургии. — 1981.— Вып. 15. — с. 52—59.

49. **Малашенко, И.С.** Исследование структуры и свойств толстых вакуумных конденсатов системы Ni — Cr — Al — Y [Текст] / И.С. Малашенко, Н.П. Вацило, В.Г. Васильев // Пробл. спец, электрометаллургии, — 1983.— Вып. 19.— с. 40—44.

50. **Малашенко, И.С.** Структура и некоторые физико-механические свойства вакуумных конденсатов и покрытий Fe — Cr и Fe — Cr — Al — Y [Текст] / И.С. Малашенко, П.П. Вацило, К.Ю. Яковчук и др. // Пробл. спец, электрометаллургии. — 1986. — № 2. — с. 33—39.

51. **Vortman, D.J.** Mechanism of low temperature hot corrosion [Текст] / D.J. Vortman, R.E. Fryxell, K.L. Luthra, P.A. Bergman // Thin Solid Films.— 1979.— 64, N 2.— P. 281—288.

52. **Lang, Ed.E.** Coatings for high-temperature applications [Текст] / Ed. E. Lang // London ; New York .Appl. sci. publ., 1983.— 442 p.

53. **McCarron, R.L.** Corrosion of turbine materials exposed to the effluent of an experimental PFBC [Текст] / R.L. McCarron, R.P. Brobst // Mater. Perform. — 1985 —24, N 1. — P. 32—38.

54. **Patarini, V.** Hot corrosion of gas turbine components [Текст] / V. Patarini, N.S. Bornstein, M.A. DeCrescente // ASME Publ. GT. — 1978, — 82, — 9 p.

55. **Мовчан, Б.А.** Жаростойкие покрытия, осаждаемые в вакууме [Текст] / Б.А. Мовчан, И.С. Малашенко // Киев : Наук. думка, 1983.— 232 с.

56. **Turbine component life extended by new alloy** // Metal Progr. — 1976. — 106, N 5. — P. 7—10.

57. **Goward, G.W.** Protective coatings for high-temperature alloys. State of technology [Текст] / G.W. Goward // Proc. Symp. Properties of high-temperature alloys, Las Vegas, 1976. — Princeton (N. J.), 1976, — P. 806—823.

58. **Schweitzer, K.K.** Summary Abstract: Performance evaluation of coatings for jet engine turbine blades by servicelike 1985 [Текст] / K.K. Schweitzer, G. Johner // Sec. ser., 3, N 6, — P. 2525.

59. **Sauthanam, A.T.** Comparative thermal fatigue resistance of selected nickel-base superalloys and the role of overlay coatings [Текст] / A.T. Sauthanam, G.G. Beck // Thin Solid Films. — 1980. — 73, N 2. — P. 387—395.

60. **Бокштейн, С.З.** Сопротивление термической усталости жаропрочных сплавов с защитными покрытиями [Текст] / С.З. Бокштейн, Н.Г. Бычков, Р.А. Зайцев и др. // Пробл. прочности. — 1980, — № 4 — с. 59—63.

61. **Strangman, T.E.** Thermal fatigue of coated superalloys [Текст] / T.E. Strangman, S.W. Hopkins // Amer. Ceram. Soc. Bull. — 1976. — 55, N 3. — P. 304—307.

62. **Bain, K.P.** The effect of coatings on the thermomechanical fatigue life of a single crystal turbine blade material [Текст] / K.P. Bain // 6 p. — (AIAA Pap.— N1366).— 1985.

63. **Thornton, J.** Ceria precipitation and phase stability in zirconia based thermal barrier coatings [Текст] / J. Thornton, A. Majumdar // Ohmori A (ed.), Proceedings of the 14th International Thermal Spray Conference: Thermal Spray – Current Status and Future Trends, ASM International, Materials Park, OH. — 1995. — P. 1075—1080.

64. **Miller, R.A.** The effect of silica on the cyclic life of zirconia-yttria thermal barrier coating [Текст] / R.A. Miller, W.J. Brindley, J.G. Goedjen, R. Tiwari, D. Mess // Berndt C. C., Sampath S. (eds), Proceedings of the 7th National Thermal

SprayConference: Thermal Spray in Industrial Applications, ASM International, Materials Park, OH. — 1994. — P. 49—54.

65. **Александров, В.И.** Неорган. материалы [Текст] / В.И. Александров, Г.Е. Вальяно, Б.В. Лукин // АН СССР. — 1967. — Вып. 12. — 273 с.

66. **Ямагаши, К.** Получение покрытий в вакууме с помощью электронного луча [Текст] / К. Ямагаши // Электронно- и ионнолучевая технология. — М.: Metallurgy, 1968. — с. 128—139.

67. **Шварц, Х.** Механизм проникновения электронных пучков высокой плотности в металле [Текст] / Х. Шварц // Электронно- и ионнолучевая технология. — М. : Metallurgy, 1968.— С. 87—109.

68. **Патон, Б.Е.** Анализ современных способов плавки и рафинирования металла в электроннолучевых печах [Текст] / Б.Е. Патон, Б.А. Мовчан, А.Л. Тихоновский // Рафинирующие переплавы. — Киев : Наук. думка, 1974 — С. 179 — 195.

69. **ГОСТ 28818-90** Материалы шлифовальные из электрокорунда. Технические условия [Текст]. — Москва: Изд-во стандартов, 1988. — 7 с.

70. **Назаркин, Р. М.** Структурно-фазовые характеристики сплава ЖС32-ВИ, полученного методами направленной кристаллизации, гранульной металлургии и селективного лазерного сплавления [Текст] / Р. М. Назаркин, Н. В.Петрушин, А. М.Рогалев // Электронный научный журнал "ТРУДЫ ВИАМ". — 2017. — Вып. 2. — С. 12.

71. **Монастырская, Е.В.** Структура, фазовый состав и свойства коррозионностойкого жаропрочного сплава ЧС88У [Текст] / Е.В. Монастырская, Г.И. Морозова, Ю.Б. Власов // — Металловедение и термическая обработка металлов. — 2006. — Вып. 8.

72. **Милонин, Е.В.** Направленная кристаллизация литых изделий из опытного жаропрочного сплава на базе ЖС32-ВИ [Текст] / Е.В. Милонин, Н.А. Лысенко, В.В. Наумик. // – Технологии производства объектов авиационно-космической техники. – 2016. – С. 83–89.

73. **Шатульский, А.А.** Повышение выносливости рабочих лопаток газотурбинных двигателей на основе совершенствования технологии литья [Текст] / А.А. Шатульский, А.В. Голубенцев // Заготовительные производства в машиностроении. 2015. № 6. С. 3-7.

74. **Zhang, Bing** Surface recrystallization of single crystal nickel-based superalloy [Текст] / Bing Zhang, Xue-gang Cao, De-lin Liu, Xin-ling Liu // Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 23, Issue 5, May 2013, P. 1286-1292.

75. **Мовчан, Б. А.** Исследование структуры и свойств толстых вакуумных конденсатов никеля, титана, вольфрама, окиси алюминия и двуокиси циркония [Текст] / Б. А. Мовчан, А. В. Демчишин // Физика металлов и металловедение. – 1969. – 28. – № 4. – С. 653—660.

76. **Бычков, Н.Г.** Оценка оптимальной толщины теплозащитных покрытий столбчатой структуры на рабочих лопатках турбин с учетом действия центробежных нагрузок [Текст] / Н.Г. Бычков, Д.А. Климов, Б. Мыктыбеков, В.Е. Низовцев // Электронный журнал «Труды МАИ». – 2011. – Вып. № 46. – С. 8.

77. **Игнатъев, З.Е.** Разработка термобарьерных покрытий для жаропрочных и жаростойких сплавов, имеющих актуальность в газотурбинных двигателях [Электронный ресурс] / З.Е. Игнатъев, М.Н. Зими́на, А.М. Сасарин, А.В. Сахаров, М.А. Шевцов // Конкурс «Авиастроитель года». Систем. требования: Word. URL: https://www.aviationunion.ru/upload/iblock/76d/qz0a7bivfj5xpfbfgt5ocw8dtnava8pr/PAO-ODK_Saturn.docx Опубликовано 2022 г. Дата обращения: 27.09.2024.

Приложение А

Акт об использовании результатов диссертационной работы в учебном процессе

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе
ФГБОУ ВО РГЛУ имени П.А. Соловьева.
к.т.н., доцент Рязов Альберт Николаевич



« 2024 г.

АКТ

об использовании в учебном процессе результатов диссертационной работы аспиранта Игнатьева Захара Евгеньевича, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук во ФГБОУ ВО РГЛУ имени П.А. Соловьева

Мы нижеподписавшиеся, заместитель заведующего кафедрой «Материаловедения, литья и сварки», профессор Изотов Владимир Анатольевич, доцент кафедры Шаповалова Марина Александровна составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Игнатьева Захара Евгеньевича: методика расчета параметров нанесения теплозащитного покрытия на рабочую лопатку ГТД, рекомендации по выбору состава защитного покрытия» внедрены в учебный процесс кафедры Материаловедения, литья и сварки ФГБОУ ВО РГЛУ имени П.А. Соловьева при подготовке бакалавров по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» при проведении практических и лабораторных занятий по дисциплинам: «Материаловедение», Физико-химия материалов и покрытий «Защитные и конструкционные покрытия», «Проектирование и производство заготовок».

Акт выдан для представления в диссертационный совет 24.2.374.02 по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Заместитель заведующего
кафедрой МЛС,
д.т.н., профессор

В.А. Изотов

доцент кафедры МЛС,
к.т.н., доцент

М.А. Шаповалова

Приложение Б

Акт об использовании результатов диссертационной работы в производственной деятельности

УТВЕРЖДАЮ
 ПАО «ОДК-Сатурн»
 Генеральный конструктор
 _____ Р.В. Храмин
 «21» сентября 2024



АКТ

Об использовании результатов диссертационной работы Игнатъева З.Е. «Разработка методов управления процессом формирования структуры поверхностного слоя рабочей лопатки ГТД при нанесении теплозащитных покрытий», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, в производственном процессе ПАО «ОДК-Сатурн»

Комиссия в составе: Главный инженер ОЗ – С.А. Заводов, Главный металлург ОЗ – И.А. Редькин, Начальник КО КМ и ВУ – О.Н. Левитова,

составили настоящий акт о том, что по результатам исследований установлены закономерности формирования микроструктуры, свойств, фазового и химического состава теплозащитных покрытий на рабочих лопатках ГТД в процессе электронно-лучевого испарения с конденсацией в вакууме, что позволило уточнить нормативно-техническую документацию по нанесению и контролю теплозащитных покрытий.

Предложены и внедрены мероприятия по повышению качества нанесения и контроля теплозащитных покрытий на рабочие лопатки ГТД (успешно завершён проект на предприятии ПАО «ОДК-Сатурн», внедрена технологическая инструкция).

Разработана технология нанесения теплозащитных покрытий с промежуточными слоями алюминид никеля, что позволило повысить эксплуатационные характеристики теплозащитных покрытий. Проведенные испытания изделия успешно подтвердили высокий уровень качества.

СОГЛАСОВАНО
 ПАО «ОДК-Сатурн»
 Главный инженер ОЗ
 _____ С.А. Заводов
 «17» сентября 2024 года

СОГЛАСОВАНО
 ПАО «ОДК-Сатурн»
 Главный металлург ОЗ
 _____ И.А. Редькин
 «17» 10 2024

СОГЛАСОВАНО
 ПАО «ОДК-Сатурн»
 Начальник КО КМ и ВУ
 _____ О.Н. Левитова
 «19» сентября 2024