

Исследование жаростойкости теплозащитного материала с керамическим внешним слоем при термоциклировании

А. М. Валеева, Р. О. Лысков, А. А. Сметкин

*Пермский национальный исследовательский политехнический университет, г. Пермь, Россия*

*В настоящее время усовершенствование структуры и способа создания теплозащитных покрытий для жаропрочных никелевых сплавов является актуальной задачей авиационной промышленности. Цель работы заключалась в изучение жаростойкости теплозащитного покрытия на основе Ni-Al связующего и керамики  $ZrO_2$  при термоциклировании. В исследовании применялись методики нанесения порошков искровым плазменным спеканием, термоциклических испытаний, получения изображений оптической микроскопии (Axiovert 40MAT) и их обработки при помощи ПО Image J. В результате исследования было установлено, что образцы с составом ВКНА/ВКНА+(30%)YSZ/YSZ демонстрируют более высокую жаростойкость и меньшую долю трещин при термоциклических испытаниях, чем образцы ВКНА/ВКНА+(15%)YSZ/YSZ. Анализ при помощи оцифровывания изображений показал свою эффективность.*

*Ключевые слова: теплозащитное покрытие, искровое плазменное спекание, жаропрочный сплав, оксид циркония, связующее, термоциклические испытания, оцифрованное изображение.*

Эффективным способом защиты жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) от воздействия высоких температур в условиях агрессивной внешней среды является формирование на их поверхности теплозащитных покрытий (ТЗП). ТЗП защищает от высокотемпературной коррозии не только поверхность детали, но и материал основы, склонный к разупрочнению. Также снижается возможность изменения структуры и свойств сплава при циклических нагревах и охлаждениях, а их применение существенно снижает стоимость изготовления детали. Основной функцией ТЗП является создание температурного градиента (типичный градиент составляет  $\sim 100^\circ\text{C}$ ) по толщине стенки детали между внешней и внутренней поверхностями. Создание градиента объясняется низкой теплопроводностью керамического материала. Для керамики  $ZrO_2-4.5\%Y_2O_3$  теплопроводность составляет 2.3-2.6 Вт/(м·К), что намного меньше теплопроводности суперсплава ТЗП. Например, сплав марки Inconel 718 обладает теплопроводностью 11.4 Вт/(м·К) [1, 2]. Легирование редкоземельными элементами (Sm, Gd, Hf и др.), получение сложных составов, а также нанесение вакуумным осаждением позволяет значительно снизить коэффициент эффективной теплопроводности [3, 4].

Основными способами формирования ТЗП являются атмосферное плазменное распыление (APS) и электронно-лучевое вакуумное плазменное осаждение (ЕВ-PVD).

В последнее время представляет интерес также технология искрового плазменного спекания (ИПС), позволяющая консолидировать материалы различной природы за достаточно короткое время и невысоких температурах [5]. Вполне очевидно, что метод ИПС имеет перспективы применения при формировании ТЗП. Благодаря ИПС можно сформировать ТЗП самой различной архитектуры. В работе [6] показано применение ИПС при получении слоистых ТЗП составов ВКНА/ВКНА+(15% или 30%)YSZ/YSZ.

Цель нашей работы заключалась в изучение жаростойкости ТЗП на основе Ni-Al связующего и керамики  $ZrO_2$  при термоциклировании.

Экспериментальные образцы ТЗП получены методом искрового плазменного спекания послойно расположенных порошков ВКНА, ВКНА+15(30) вес. % YSZ, YSZ (рис. 1). Образцы цилиндрической формы, диаметром 15 мм и высотой порядка 5 мм.



Рисунок 1 – Исходные образцы перед термоциклированием с различным содержанием YSZ в подслое ТЗП: нижний ряд с 15%YSZ, верхний ряд с 30% YSZ

Схема расположения слоев в образцах представлена на рис. 2.

Керамика $ZrO_2$
ВКНА+15%YSZ
ВКНА
Инконель

а

Керамика $ZrO_2$
ВКНА+30%YSZ
ВКНА
Инконель

б

Рисунок 2 – Схема расположения слоев в образцах ТЗП с 15%YSZ (а) и 30%YSZ (б)

Испытания на термоциклическую усталость проводили в муфельной печи на воздухе при следующих параметрах: 1 цикл соответствовал выдержке в печи в течение 10 мин при  $T=1100^{\circ}\text{C}$  с последующим охлаждением на воздухе в течение 30 мин. Появление трещин на керамической поверхности фиксировали визуально, оптические изображения получали с помощью металлографического микроскопа Axiovert 40MAT (Carl Zeiss).

Оценку доли формирующихся при термоциклировании микротрещин на внешней керамике проводили с помощью программы обработки изображений Image J. Программный комплекс Image J позволяет отображать, редактировать, анализировать, обрабатывать, сохранять и печатать 8-битные, 16-битные и 32-битные изображения.

В Image J можно вычислять площади, статистические показатели пиксельных значений различных выделенных областей интереса на изображениях, которые выделены вручную или при помощи пороговых функций. Комплекс может измерять расстояния и углы. Он может создавать гистограммы плотности и рисовать профили линий. ImageJ поддерживает стандартные функции обработки изображений, такие как логические и арифметические операции между изображениями, манипуляции с контрастностью, свертки, Фурье-анализ, повышение резкости, сглаживание, обнаружение границ и медианный фильтр. Комплекс позволяет производить различные геометрические преобразования, такие как масштабирование, поворот или отражение. Комплекс поддерживает любое количество одновременно используемых изображений, ограничение связано только с объемом доступной памяти.

После определенного количества циклов, когда фиксировалось развитие трещин визуально, проведена оптическая микросъемка с последующим оцифровыванием изображений. На рис. 3 представлены оцифрованные изображения поверхности ТЗП после термоциклирования.

Выполнен сравнительный анализ динамики развития трещин для образцов, содержащих 15 и 30 вес.%YSZ в связующем слое ТЗП. На обработанных изображениях отчетливо видно, что образцы 15YSZ больше подвержены растрескиванию. Это подтверждается данными, полученными в результате обработки доли трещин на всех изображениях (рис. 4).

Стоит отметить, что рост трещин на образцах с 30% YSZ был локализован лишь в одной области, в то время как на образцах из 15% YSZ трещины распространялись на всей поверхности. При 45 циклах доля трещин для 15% YSZ и 30% YSZ составила 3 и 2% соответственно. С увеличением количества циклов до 147 доля трещин также увеличилась: для 15% YSZ – 11%, для 30% YSZ – 4%. В табл. представлены результаты вычисления углов «ответвлений» трещин на оцифрованных изображениях. Из полученных результатов очевидным является хрупкий механизм распространения трещин, поскольку углы ответвления как от магистральной трещины, так и от вторичных трещин близок к 90 градусам.

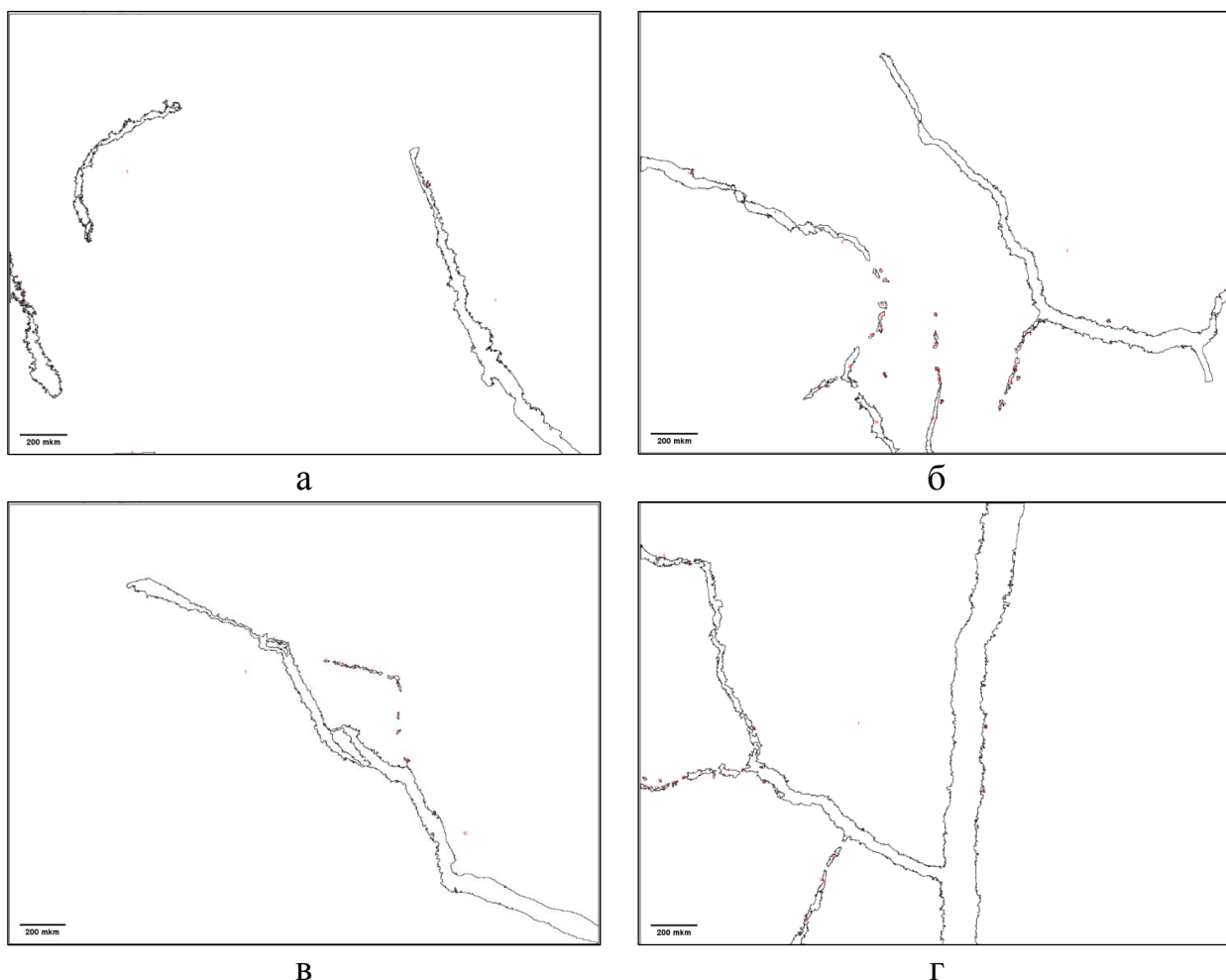


Рисунок 3 – Оцифрованные оптические изображения керамической поверхности образцов: а – 15% YSZ после 45 циклов; б – 15% YSZ после 126 циклов; в – 30% YSZ после 45 циклов; г – 30% YSZ после 126 циклов;

Таблица

Углы «ответвлений» трещин на обработанных изображениях

Образцы		Угол «ответвления»,
45 циклов	15YSZ	-
	30YSZ	44-104
126 циклов	15YSZ	94-111
	30YSZ	74-137

Можно оценить качественно скорость развития сетки трещин по тангенсу угла наклона полученных зависимостей. Становится очевидным, что скорость развития трещин у образцов с 15% YSZ выше, чем с 30% YSZ. Следовательно, содержание YSZ значительно влияет на жаростойкость при термоциклировании.

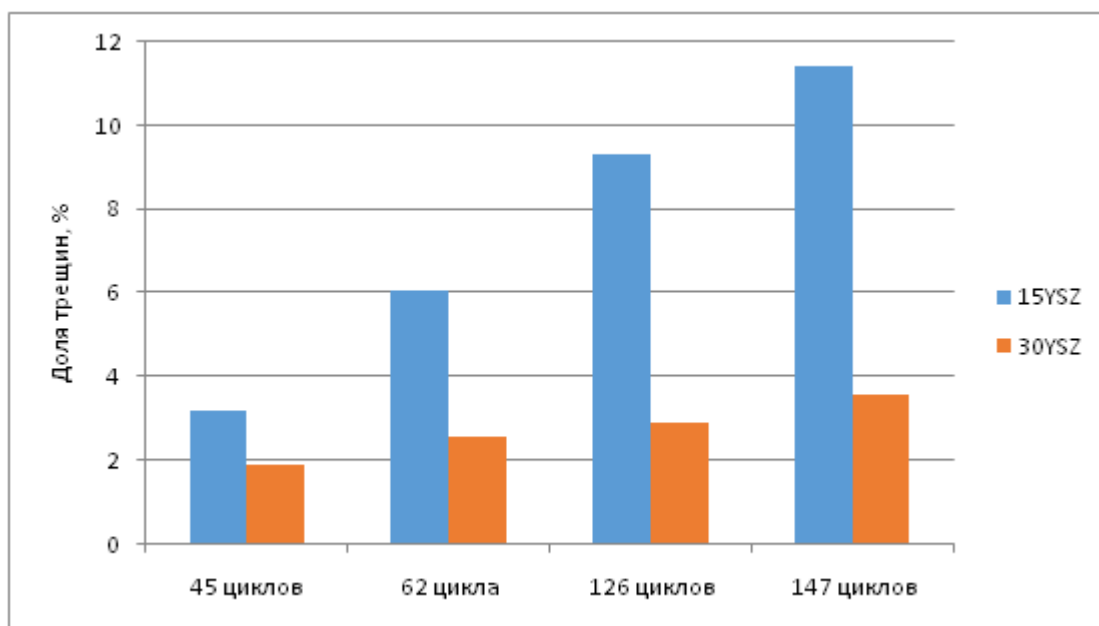


Рисунок 4 – Результаты испытаний термоциклирования

Таким образом, установлено, что анализ оцифрованных оптических изображений трещин является эффективным способом изучения жаростойкости теплозащитных покрытий при термоциклировании. ТЗП, содержащие в связующем слое 30%YSZ в композиции ВКНА/ВКНА+(15% или 30%)YSZ/YSZ, показали лучшую стойкость в сравнении с 15%YSZ при 147 циклах испытаний.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России № FSNM-2020-0026 на выполнение фундаментальных научных исследований.

Научный руководитель: доцент, к.т.н., Сметкин А.А.

#### Библиографический список

1. Huibin Xu, Hongbo Guo. Thermal barrier coatings // Woodhead Publishing Limited, 2011. – 360 p.
2. Основные механизмы разрушения керамического слоя теплозащитных покрытий. / С. А. Будиновский, П. А. Стехов, О. Н. Доронин, Н. И. Артеменко // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №2 (74). С. 105-112.
3. Чубаров Д. А., Матвеев П. В. Новые керамические материалы для теплозащитных покрытий рабочих лопаток ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2013. №4. С. 43-46.
4. Термобарьерные покрытия для жаропрочных сплавов [Электронный ресурс]. – 2021. - Режим доступа: <https://viam.ru>
5. Spark Plasma Sintering of Materials: Advances in Processing and Applications 1st ed. 2019 Edition by Pasquale Cavaliere (Editor). Cham, Switzerland: Springer. 761 pages. DOI: 10.1007/978-3-030-05327-7

6. Оглезнева С.А., Каченюк М.Н., Сметкин А.А., Кульметьева В.Б. Композиция связующего для градиентного материала с теплозащитными свойствами, формируемого искровым плазменным спеканием // Цветные металлы. 2021. №9. С.53-59. DOI: 10.17580/tsm.2021.09.05