

УДК 621.74

*О.Г. Оспенникова¹, Л.И. Рассохина¹, О.Н. Битюцкая¹, М.В. Гамазина¹***ОТРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОТЛИВОК
ЛОПАТОК ГТД МЕТОДОМ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ
ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Nb–Si КОМПОЗИТА**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-1-1

Рассматриваются вопросы, связанные с разработкой технологического процесса получения отливок лопаток газотурбинных двигателей (ГТД) из сплава на основе ниобиево-кремниевого композита. Оптимизированы параметры прессования и свойства высокоогнеупорных керамических стержней из оксида иттрия. Изготовлены керамические оболочковые формы и исследованы их основные характеристики. Проведена заливка формы лопатки высокотемпературным сплавом на основе Nb–Si методом направленной кристаллизации. Изучен характер взаимодействия расплава с материалами формы и стержня. Сделаны выводы о работоспособности разработанных технологий получения керамических стержней и форм на основе оксида иттрия при отливке лопаток из сплава на основе ниобиево-кремниевого композита.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 9.1. «Монокристаллические жаропрочные суперсплавы, включая естественные композиты» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Ключевые слова: *керамический стержень, керамическая форма, оксид иттрия, направленная кристаллизация, отливка из Nb–Si композита.*

Discusses issues related to the development of technological process of production of casting blades of gas turbine engines from an alloy based on Nb–Si composite. Optimized extrusion parameters and the properties of high-refractory ceramic members consisting of yttrium oxide. Made of ceramic shell molds and investigated their basic characteristics. Held die-casting blades high temperature alloy based on Nb–Si directional solidification. Studied the nature of the interaction of the melt with the material and shape of the rod. Conclusions about efficiency of the developed technologies for producing ceramic cores and forms on the basis of yttrium oxide in the casting of blades from alloy on the basis of Nb–Si composite.

The work is executed within the implementation of the complex scientific direction 9.1. «High-temperature single-crystal superalloys, including natural composites» («The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030») [1].

Keywords: *ceramic rod, ceramic form, the oxide of yttrium, directional solidification, casting of Nb–Si composite.*

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Усовершенствование газовых турбин идет по пути повышения температуры рабочих газов на входе в турбину, определяющей все основные удельные характеристики ГТД [2]. В последние десятилетия рост рабочих температур достигался усложнением

легирования жаропрочных никелевых сплавов – прежде всего, дорогостоящими Re и Ru [3], созданием технологии монокристаллического литья [4–8], совершенствованием систем охлаждения рабочих лопаток ГТД. Рабочая температура современных жаропрочных сплавов (1100–1150°C) достигла предела, так как она соответствует 80–85% от их температуры плавления, при плотности сплавов 9,0–9,5 г/см³ [9].

Создание перспективных ГТД требует разработки нового класса жаропрочных сплавов для лопаток турбины высокого давления на основе тугоплавких элементов с рабочей температурой >1300°C. Использование ниобиево-кремниевого композита с интерметаллидным упрочнением, имеющего высокую температуру плавления, низкую плотность, требуемую высокотемпературную прочность и сопротивление ползучести, позволит повысить рабочую температуру лопаток ТВД с 1100–1150 до 1350°C, по сравнению с никелевыми жаропрочными сплавами [10]. Плотность ниобиевых композитов, составляющая ~7 г/см³, также является их несомненным преимуществом [11, 12].

В качестве основного высокоогнеупорного материала керамических стержней и форм для точного литья методом направленной кристаллизации инертного к расплаву ниобиево-кремниевого композита перспективно использование оксидов редкоземельных металлов (РЗМ), обладающих высокой термодинамической устойчивостью [13–15]. Получение отливок лопаток из сплавов на основе ниобиево-кремниевого композита возможно только лишь при разработке и использовании новых высокоогнеупорных керамических стержней и форм с использованием оксидов РЗМ.

Материалы и методы

На основании анализа научно-технических литературных источников и опыта разработки материалов и технологий получения керамических стержней и форм в качестве основного высокоогнеупорного материала выбран оксид иттрия. Необходимо отметить, что температура плавления оксида иттрия является одной из самых высоких среди оксидов РЗМ и превышает 2400°C, что гарантирует сохранение целостности керамических стержней и форм в процессе отливки лопаток из ниобиевого композита при температурах 1800–1850°C.

Для изготовления высокоогнеупорных керамических стержней с целью получения отливок лопаток, исходя из полученных положительных результатов ранее выполненной работы, выбран оптимальный состав на основе порошков оксида иттрия различного гранулометрического состава. Огнеупорную шихту составляли порошки, смешанные в определенных массовых соотношениях, – оксид иттрия Y₂O₃ следующих фракций: 125–250; 100–150; 50 мкм и 325 mesh. В состав массы для высокоогнеупорных керамических стержней входил также пластификатор марки ПП-10 на основе парафина и полиэтилена.

Из выбранного состава изготовили керамические стержни (рис. 1) и в результате проведенных исследований установили параметры прессования стержней данного состава: температуры стержневой массы и стержневой пресс-формы, удельное давление прессования, продолжительность выдержки под давлением. Отпрессованные стержни извлекали из пресс-формы с помощью струи сжатого воздуха.

Укладку керамических стержней в короба производили по серийной технологии, в качестве материала для засыпки использовали оксид иттрия фракции не более 125–250 мкм. Керамические стержни, изготовленные из оксида иттрия, проходили двухстадийный высокотемпературный обжиг.

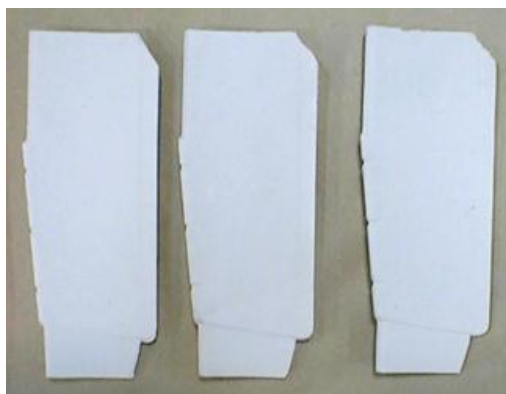


Рис. 1. Общий вид высокоогнеупорных керамических стержней для лопаток ГТД

Первичный обжиг предназначен для полного удаления пластификатора из керамических стержней без нарушения их целостности, а вторичный – для завершения процессов спекания с достижением необходимой пористости и технологической прочности керамического материала, а также для последующего использования при литье по выплавляемым моделям при нагреве до 1800°C.

Режим первичного обжига выбран на основе анализа существующих в промышленности режимов обжига керамических стержней, изготовленных из термопластичных керамических масс, и с учетом опыта работ, проведенных во ФГУП «ВИАМ». Выбрана низкая скорость подъема температуры до 600°C, затем – более высокая от 600 до 1350°C. Выдержка при температуре 1350°C составила не менее 10 ч, а охлаждение проводили вместе с печью.

Температура вторичного обжига стержней составила 1700–1750°C, что близко по значениям к рабочей температуре керамического стержня. Установлено, что при скорости подъема температуры >300°C/ч возможно образование трещин на участках керамического стержня с тонкими сечениями. Скорость подъема температуры до 1000°C принята 200°C/ч, так как керамический материал до этой температуры работает в упругой области (от 800 до 1000°C) и требуется умеренная скорость подъема температуры. Скорость подъема температуры при нагреве от 1000 до 1700°C повысили, поскольку керамический материал приобретает пластическое и вязкое состояние и снижается вероятность возникновения критических термических напряжений, приводящих к образованию трещин. На основании вышеизложенного выбран режим вторичного обжига. Охлаждение коробов со стержнями проводили вместе с печью.

После проведенных ранее исследований выявлено, что для стабилизации основных структурно-механических свойств керамических стержней на основе оксида иттрия необходимо провести дополнительную операцию упрочняющей пропитки золом оксида иттрия, что позволило реализовать механизм гетерофазного упрочнения керамики стержня. Вместе с опытной партией керамических стержней изготовили партию образцов-свидетелей размером 4×12×50 мм, на которых проведены испытания механических свойств и получены следующие значения:

- линейная усадка при обжиге 1,6%;
- открытая пористость 38,7%;
- предел прочности при изгибе
- при комнатной температуре 8,7 МПа;
- при температуре 1600°C: 8,2 МПа;
- шероховатость поверхности $R_a=8,1$ мкм.

Проведен рентгеноструктурный фазовый анализ образцов стержней из Y_2O_3 после обжига на воздухе и нагреве до температуры 1850°C в печи УВНС-4 в атмосфере

аргона. По результатам исследований установлено, что в материале керамического стержня после обжига преобладает высокотемпературная объемноцентрированная кубическая (ОЦК) фаза оксида иттрия (Y_2O_3), а после нагрева до температуры $1850^\circ C$ в керамическом материале стержня наряду с основной ОЦК фазой Y_2O_3 наблюдаются следы фазы $Al_2Y_4O_9$. С учетом того, что в керамическом стержне основной является фаза Y_2O_3 с термически стабильной ОЦК решеткой, а количество фазы $Al_2Y_4O_9$ незначительно и ее температура плавления составляет $2020^\circ C$, материал керамического стержня характеризуется как термически и структурно стабильный при нагреве до $1850^\circ C$.

После обжига проведено исследование микроструктуры керамических стержней методом растровой электронной микроскопии (рис. 2), которое показало, что керамический материал стержня характеризуется зернистым строением, а золь оксида иттрия, используемый в качестве упрочняющей пропитки керамики стержня, после его сушки и последующего вторичного обжига стержня способствует развитию контактов между зернами оксида иттрия, повышая тем самым устойчивость керамического стержня при получении отливок лопаток.

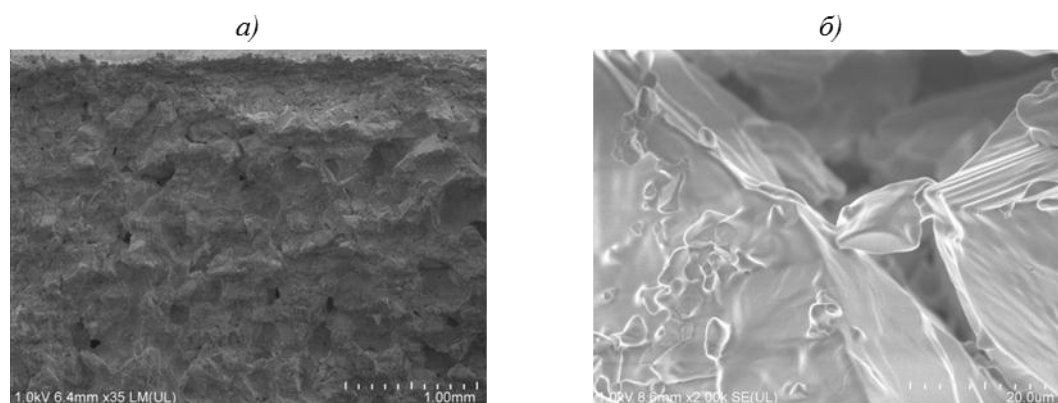


Рис. 2. Микроструктура (*a* – $\times 35$; *б* – $\times 2000$) образца керамического стержня из оксида иттрия (Y_2O_3)

Структура материала керамического стержня имеет зернистое строение, что характеризует его как термостойкий материал, работоспособный в условиях направленной кристаллизации. Для изготовления керамических форм в качестве огнеупорного наполнителя керамической суспензии выбран оксид иттрия фракций 50 и от 100 до 150 мкм, а в качестве бескремнеземного связующего – раствор эпоксидной диановой смолы ЭД-16 в органическом растворителе – ацетоне в сочетании с отвердителем – ПЭПА (полиэтиленполиамин).

Огнеупорный наполнитель суспензии включал оксид иттрия – микропорошок фракцией < 50 мкм и зерно фракцией – от 100 до 150 мкм, которые взяты в определенных массовых соотношениях. Наполнитель и связующее также брали в определенном соотношении, которое составляло для жидкой и твердой фаз огнеупорной суспензии $\sim 1,0$ (от 1,7 до 2,0). Вязкость суспензии, измеренная по вискозиметру ВЗ-246, для первого слоя – от 20 до 25 с, а для второго и всех последующих слоев – от 19 до 17 с.

Для получения водорастворимых моделей выбрана модельная композиция марки МОН-10К, состоящая из 90% (по массе) мочевины и 10% (по массе) калиевой селитры. Модели сопловых лопаток и собранные модельные блоки представлены на рис. 3 и 4.

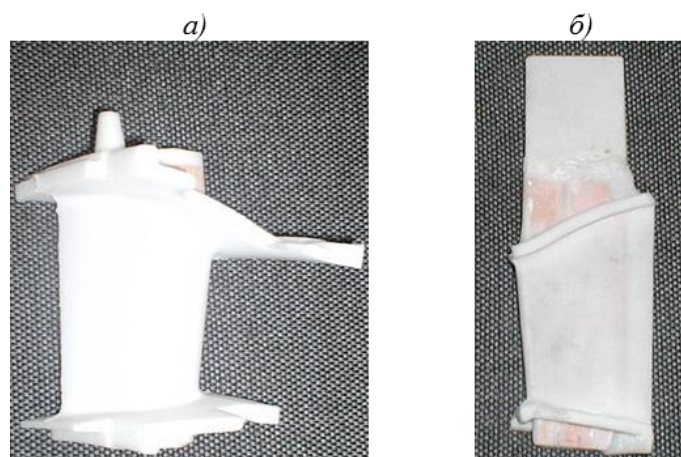


Рис. 3. Модель сопловой лопатки с керамическим стержнем из модельной массы марки МОН-10К (а) и доработанная модель (б) с литниково-питающей системой (ЛПС)



Рис. 4. Общий вид модельных блоков

При формировании керамического покрытия в качестве обсыпки использовали оксид иттрия фракции 125–250 мкм, а для формирования наружных слоев (не контактирующих с расплавленным металлом) начиная с четвертого слоя – более дешевый, по сравнению с оксидом иттрия, огнеупорный наполнитель – электрокорунд (фракция F30) с добавлением алюминиевого порошка марки АСД-4. Сушку каждого слоя проводили в течение 30 мин в сушильном шкафу при температуре 80°C.

После завершения формирования керамического покрытия проводили удаление модельной массы струей воды с температурой 35–40°C. Затем керамические формы сушили на воздухе при комнатной температуре в течение 4–6 ч. Обжиг керамических форм проводили в электрических печах в две стадии: первоначально – при температуре 1350°C и окончательно – при температуре 1700°C. Режим двухстадийного обжига форм аналогичен режиму обжига стержней. Первичный низкотемпературный обжиг керамических форм предназначен для полного удаления связующего – отвержденной эпоксидной смолы, а вторичный высокотемпературный обжиг – для спекания керамического материала формы мономинерального состава (Y_2O_3) с высокой температурой плавления. Введена также упрочняющая пропитка на основе золя оксида иттрия, которая действует по механизму золь-гель процесса и способствует формированию стабильной структуры и получению гарантированной прочности. Общий вид керамических форм представлен на рис. 5.



Рис. 5. Общий вид керамических форм

При получении опытных керамических форм изготовлены образцы для определения основных структурно-механических свойств. При испытаниях керамических образцов получены следующие значения:

- линейная усадка при обжиге 1,4%;
- открытая пористость 30,9%;
- предел прочности при изгибе
- при комнатной температуре 11,7 МПа;
- при температуре 1600°C: 10,8 МПа;
- шероховатость поверхности $R_a=2,38$ мкм.

Проведен рентгеновский структурно-фазовый анализ образцов форм из Y_2O_3 после термообработки на воздухе и при 1850°C в печи УВНС-4 в атмосфере аргона. Установлено, что в материале керамической формы после обжига при температуре 1750°C, а также после нагрева до температуры 1850°C преобладает высокотемпературная ОЦК фаза оксида иттрия Y_2O_3 , что свидетельствует о термической и структурной стабильности керамического материала формы при нагреве до температуры 1850°C.

Проведено исследование микроструктуры керамических форм методом растровой электронной микроскопии, которое показало, что структура керамического материала формы имеет ярко выраженный слоистый характер, который характеризуется гетерофазным механизмом упрочнения с использованием золь-гель процесса (золь оксида иттрия – в качестве пропитки), способствующего после сушки и последующего вторичного обжига при температуре 1750°C развитию контактов между зернами оксида иттрия, что обеспечивает наноструктурное зернограничное упрочнение. Тем самым повышается устойчивость керамической формы при получении отливок лопаток при максимальной температуре процесса направленной кристаллизации 1850°C (рис. 6).

На вакуумной плавильной установке УВНК-9 из выплавленного высокотемпературного сплава на основе Nb–Si проведена отливка лопаток методом направленной кристаллизации в высокоогнеупорную керамическую оболочковую форму с керамическим стержнем, для чего форму устанавливали в специально разработанную и изготовленную подвеску из графита и молибдена (рис. 7). Заливку керамической формы лопатки проводили по следующим режимам. После установки формы в специальную подвеску закрывали затвор установки и проводили откачку воздуха до вакуума $5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. (0,67 Па). Далее включали нагрев печи подогрева форм до технологических температур: температура верхнего нагревателя составляла 1640°C, а температура нижнего нагревателя соответствовала 1660°C. После выхода печи подогрева форм на заданные режимы перекрывали затвор в рабочую камеру и напускали аргон до давления 100 мм рт. ст.

(1,33 МПа). Затем включали индукционную печь для расплавления мерной шихтовой заготовки сплава на основе Nb–Si. После полного расплавления шихты в тигле рабочий сплав на основе Nb–Si перегревали до температуры 1850°C и заливали через воронку в керамическую форму, расположенную в печи подогрева форм, выдерживали до 1 мин и включали вытяжку формы из печи в ванну с жидкометаллическим охладителем со скоростью до 10 мм/мин. По окончании вытяжки проводили плавный сброс температуры нагревателей: верхнего – до 1350°C, нижнего – до 1200°C. После охлаждения до заданных температур нагреватели выключали и поднимали форму в исходное положение. Инертный газ (аргон) откачивали из рабочего пространства после полного остывания печи подогрева форм.

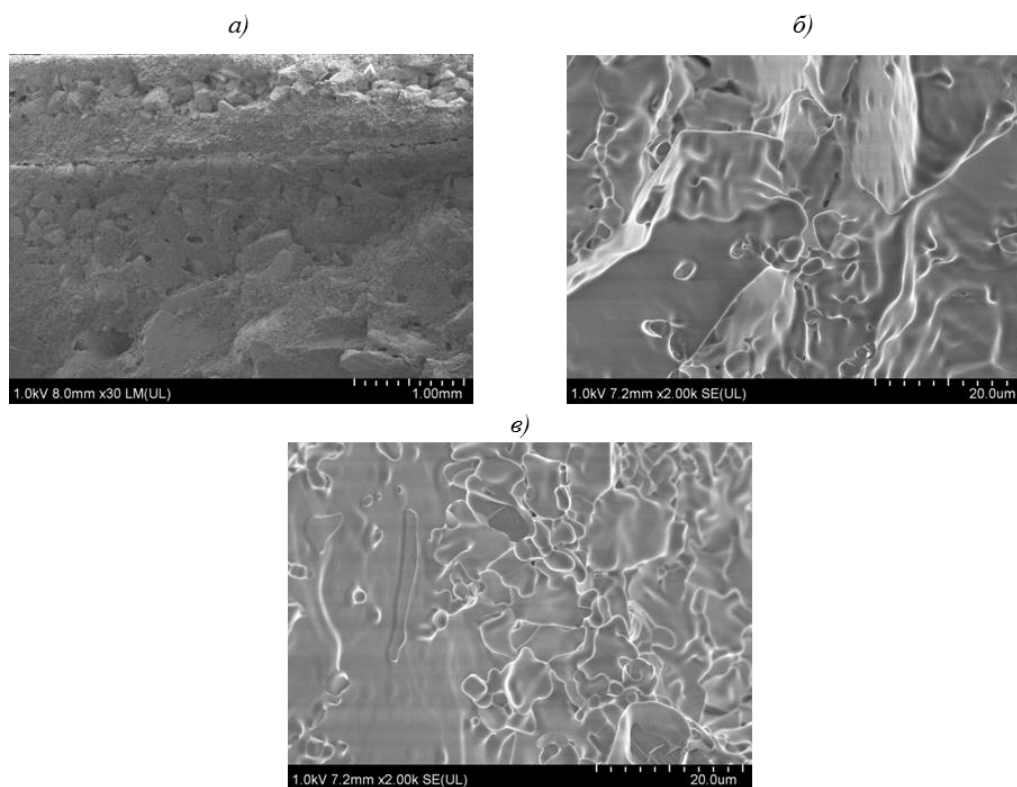


Рис. 6. Микроструктура (*а* – $\times 35$; *б*, *в* – $\times 2000$) образца керамической формы из оксида иттрия (Y_2O_3)



Рис. 7. Общий вид керамической формы в специальной оснастке установки УВНК-9 до (*а*) и после заливки (*б*)



Рис. 8. Общий вид залитой отливки сопловой лопатки после удаления остатков керамики (а) и после пескоструйной обработки (б)

Визуальный контроль залитых керамических форм не выявил их разрушения во время заливки, наличия сквозных трещин и деформации. Визуальный контроль отливки показал, что выбранные режимы литья обеспечили заполнение высокоогнеупорной формы с керамическим стержнем, включая тонкие сечения (минимальная толщина стенки лопатки на пере составила 2,6 мм). Общий вид отливки сопловой лопатки после заливки с остатками керамической формы показан на рис. 8.

Результаты и обсуждение

Исследован характер взаимодействия расплава высокотемпературного жаропрочного сплава на основе Nb–Si, легированного РЗМ, с материалами высокоогнеупорных керамических формы и стержня методом растровой электронной микроскопии. Исследование микроструктуры зоны взаимодействия естественно-композиционного материала на основе Nb–Si с керамическим стержнем и керамической формой проводили на фрагментах залитой отливки сопловой лопатки с помощью растрового электронного микроскопа JSM 6490LV в режиме обратноотраженных электронов COMPO (рис. 9 и 10).

Проведены исследования характера взаимодействия расплава высокотемпературного жаропрочного сплава на основе Nb–Si, легированного РЗМ, с материалами крупногабаритных высокоогнеупорных керамических стержня и формы методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа посредством анализа качества полученных отливок лопаток со стороны керамических стержня и формы. Как показано ранее, на границе естественно-композиционного материала на основе Nb–Si и керамической формы имеется непрерывный слой из оксида гафния шириной ~20 мкм, а на границе естественно-композиционного материала на основе Nb–Si и керамического стержня присутствует слой из оксидов гафния и иттрия шириной ~5 мкм. Результаты исследования локального химического состава фрагмента отливки показали, что химический состав в целом соответствует выплавленному сплаву, обеднения по химическому составу не выявлено, проникновения расплава материала отливки лопатки (сплав на основе Nb–Si) в керамические форму и стержень не обнаружено.

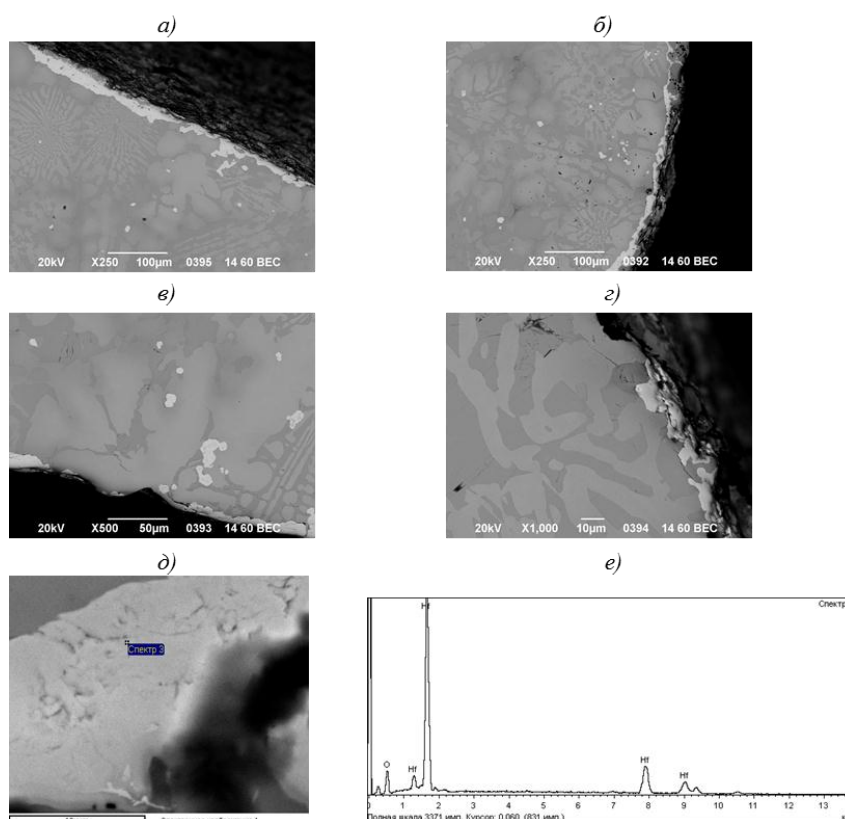


Рис. 9. Общий вид микроструктуры зоны взаимодействия материала на основе Nb–Si с керамической формой на фрагменте отливки (а–с) и результаты рентгеноспектрального анализа (д, е)

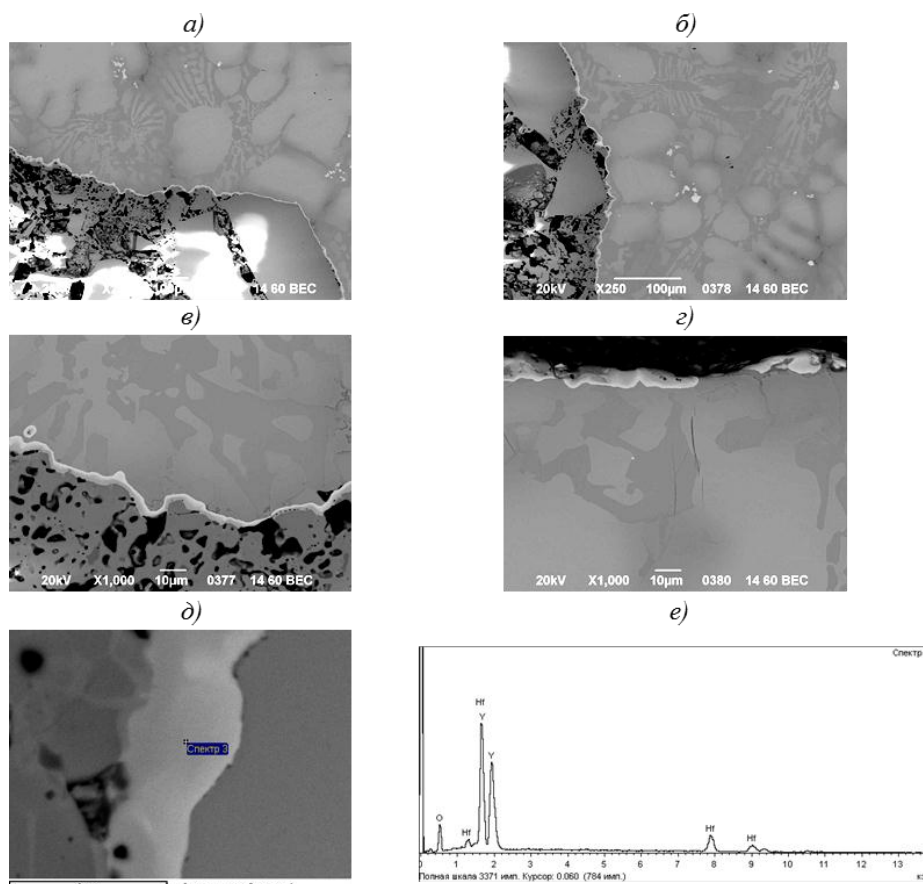


Рис. 10. Общий вид микроструктуры зоны взаимодействия материала на основе Nb–Si с керамическим стержнем на фрагменте отливки (а–с) и результаты рентгеноспектрального анализа (д, е)

Заключения

На основании полученных результатов по отработке технологии получения отливок лопаток методом направленной кристаллизации из сплавов на основе Nb–Si композита можно утверждать, что разработанные технологии получения керамических стержней и форм на основе оксида иттрия работоспособны при отливке лопаток из сплава на основе Nb–Si композита при максимальной температуре процесса направленной кристаллизации 1850°C. Изготовленные по разработанным технологиям керамические стержни и формы, а также отработанные режимы литья обеспечили заполнение высокоогнеупорной формы с керамическим стержнем, включая тонкие сечения (минимальная толщина стенки лопатки на пере составила 2,6 мм), позволили получить отливку лопатки из сплава на основе Nb–Si композита.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI:10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
3. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 36–52.
4. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сулова В.А. Развитие процесса направленной кристаллизации лопаток ГТД из жаропрочных сплавов с монокристаллической и композиционной структурой // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №1. С. 3–8.
5. Бондаренко Ю.А., Базылева О.А., Ечин А.Б., Сулова В.А., Нарский А.Р. Высокоградиентная направленная кристаллизация деталей из сплава ВКНА-1В // *Литейное производство*. 2012. №6. С. 12–16.
6. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сулова В.А., Нарский А.Р. Влияние условий направленной кристаллизации на структуру деталей типа лопатки ГТД // *Литейное производство*. 2012. №7. С. 14–16.
7. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А., Битюцкая О.Н., Нарский А.Р. Влияние переменного температурного градиента на дисперсность структуры Re-содержащего сплава // *Литейное производство*. 2015. №10. С. 33–36.
8. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сулова В.А., Нарский А.Р. О направленной кристаллизации жаропрочных сплавов с использованием охладителя // *Литейное производство*. 2011. №5. С. 36–39.
9. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н. ВИАМ – основоположник отечественной технологии литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД и ГТУ // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 105–117.
10. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сулова В.А., Колодяжный М.Ю., Нарский А.Р. Современные исследования в области технологии выплавки и направленной кристаллизации, обеспечивающие формирование естественно-композиционной структуры в высокожаропрочных сплавах на основе ниобий-кремния для деталей горячего тракта ГТД // *Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн.* 2015. №4. Ст. 01. URL: <http://www.maerialnews.ru> (дата обращения: 09.01.2017).
11. Светлов И.Л., Кузьмина Н.А., Нейман А.В. Микроструктура никелевых Ni/Ni₃Al–NbC и ниобиевых Nb_{тв.р}–Nb₅Si₃ эвтектических композитов // *Материаловедение*. 2015. №3. С. 50–56.
12. Тимофеева О.Б., Колодочкина В.Г., Шванова Н.Ф., Нейман А.В. Исследование микроструктуры высокотемпературного естественно-композиционного материала на основе ниобия,

- упрочненного интерметаллидами силицида ниобия // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 60–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-60-64.
13. Фоломейкин Ю.И., Каблов Е.Н., Демонис И.М. Высокоогнеупорная керамика стержней и форм для литья лопаток с направленной и монокристаллической структурами // *Авиационная промышленность*. 2000. №2. С. 41–44.
14. Белов А.Н., Семенов Г.А. Термодинамика бинарных твердых растворов оксидов циркония, гафния и иттрия по данным высокотемпературной масс-спектрометрии // *ЖФХ*. 1985. Т. 59. №3. С. 589–592.
15. Казенас Е.К. Термодинамика испарения двойных оксидов. М.: Наука, 2004. 551 с.