

Оригинальная статья

УДК 621.762

DOI: 10.57070/2304-4497-2023-1(43)-98-103

ПОРИСТОСТЬ ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА, ИЗГОТОВЛЕННОГО ИСКРОВЫМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ НИКЕЛЕВОГО ПОРОШКА, ПОЛУЧЕННОГО ЭЛЕКТРОДИСПЕРГИРОВАНИЕМ СПЛАВА ЖС6У В ВОДЕ

© 2023 г. Е. В. Агеев, О. В. Кругляков, В. О. Поданов

Юго-Западный государственный университет (Россия, 305040, Курская область, Курск, ул. 50 лет октября, 94)

Аннотация. Для расширения сферы практического применения порошковых материалов, получаемых из отходов сплава ЖС6У, требуется проведение металлографических исследований. Целью настоящей работы являлось исследование пористости жаропрочного сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием никелевого порошка, полученного электродиспергированием сплава ЖС6У в воде. В основу работы положена задача получения жаропрочного никелевого сплава с улучшенными физико-механическими свойствами и низкой себестоимостью. Изучаемый сплав получают путем искрового плазменного спекания никелевых порошков, получаемых электроэрозионным диспергированием отходов сплава ЖС6У в дистиллированной воде. В работе использовали отходы жаропрочного сплава марки ЖС6У, которые измельчали методом электроэрозионного диспергирования в дистиллированной воде на оригинальной установке. Параметры установки при диспергировании отходов ЖС6У: напряжение на электродах 190 – 210 В; емкость конденсаторов 55 – 60 мкФ; частота следования импульсов 180 – 200 Гц. В результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами произошло разрушение отходов сплава с образованием частиц жаропрочного никелевого порошка. Спекание жаропрочного никелевого порошка осуществляли в системе SPS 25-10 «Thermal Technology» (США) при температуре 1300 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 10 мин. Экспериментально установлено, что новые жаропрочные сплавы, полученные искровым плазменным спеканием электроэрозионной шихты, имеют пористость порядка 0,52 %. Практически беспористая структура жаропрочных сплавов объясняется наличием в электроэрозионной шихте частиц разных фракций, что обеспечивает их плотную упаковку и так называемый «эффект плазмы искрового разряда» при искровом плазменном сплавлении.

Ключевые слова: сплав ЖС6У, электродиспергирование, порошок, спекание, пористость

Финансирование: Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ (НШ-596.2022.4).

Для цитирования: Агеев Е.В., Кругляков О.В., Поданов В.О. Пористость жаропрочного сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием никелевого порошка полученного электродиспергированием сплава ЖС6У в воде // Вестник Сибирского государственного индустриального университета. 2023. № 1 (43). С. 98–103. [http://doi.org/10.57070/2304-4497-2023-1\(43\)-98-103](http://doi.org/10.57070/2304-4497-2023-1(43)-98-103)

Original article

POROSITY OF A HEAT-RESISTANT ALLOY MADE BY SPARK PLASMA SINTERING OF NICKEL POWDER OBTAINED BY ELECTRODISPERSING THE ZHS6U ALLOY IN WATER

© 2023 г. Е. V. Ageev, O. V. Kruglyakov, V. O. Podanov

Southwest State University (94 50 let Oktyabrya Str., Kursk, Kursk Region, 305040, Russian Federation)

Abstract. Metallographic studies are required to expand the scope of practical application of powder materials obtained from waste of the ZhS6U alloy. The purpose of this work was to study the porosity of a heat-resistant alloy produced by spark plasma sintering of nickel powder obtained by electrodispersing the LC6U alloy in water. The work is based on the task of obtaining a heat-resistant nickel alloy with improved physical and mechanical properties and low cost. The alloy under study is obtained by spark plasma sputtering of nickel powders obtained by electroerosive dispersion of waste of the alloy ZhS6U in distilled water. The waste of heat-resistant alloy of the brand ZhS6U was used in the work, which was crushed by the method of electroerosive dispersion in distilled water at the original installation. Parameters of the installation during the disposal of waste ZhS6U: voltage at the electrodes 190–210 V; capacitance of the condensers 55–60 UF; pulse repetition frequency 180–200 Hz. As a result of local exposure to short-term electrical discharges between the electrodes, the alloy waste was destroyed with the formation of heat-resistant nickel powder particles. Sintering of heat-resistant nickel powder was carried out in the SPS 25-10 "Thermal Technology" system (USA) at a temperature of 1300 °C, a pressure of 40 MPa and a holding time of 10 min. It has been experimentally established that new heat-resistant alloys produced by spark plasma sintering of an electroerosive charge have a porosity of about 0.52 %. The practically nonporous structure of heat-resistant alloys is explained by the presence of particles of different fractions in the electroerosion charge, which ensures tight packing and the so-called "spark discharge plasma effect" during spark plasma fusion.

Keywords: alloy ZHS6U, electrodispersion, powder, sintering, porosity

Funding: The work was supported by a grant from the President of the Russian Federation (NSH-596.2022.4).

For citation: Ageev E.V., Kruglyakov O.V., Podanov V.O. Porosity of a heat-resistant alloy made by spark plasma sintering of nickel powder obtained by electrodispersing the ZhS6U alloy in water. Bulletin of the Siberian State Industrial University. 2023, no. 1 (43), pp. 98–103. (In Russ.). [http://doi.org/10.57070/2304-4497-2023-1\(43\)-98-103](http://doi.org/10.57070/2304-4497-2023-1(43)-98-103)

Введение

В настоящее время жаропрочные сплавы нашли широкое распространение, в том числе для изготовления лопаток турбин. Одним из часто применяемых является сплав ЖС6У. Предел сточасовой прочности этого сплава при 1000 °C составляет 170 – 180 МПа, верхний предел рабочих температур 1050 – 1100 °C. Данный сплав обладает очень высокой жаропрочностью, что затрудняет процесс его переработки и повторно-го применения [1 – 4].

В настоящее время существует необходимость повторного использования сплава ЖС6У из-за очень высокой стоимости ввиду присутствия дорогостоящих компонентов (таких как хром, кобальт, никель, ниобий, молибден, титан, вольфрам). Эффективный, но недостаточно изученный металлургический способ измельчения металлоотходов – электродиспергирование (ЭД) [5 – 9].

Для расширения сферы практического применения порошковых материалов из металлоотходов сплава ЖС6У требуется проведение металлургических исследований.

Целью настоящей работы являлось исследование пористости жаропрочного сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием никелевого порошка, полученного электродиспергированием сплава ЖС6У в воде.

В основе работы – решение задачи получения жаропрочного никелевого сплава с улучшенными физико-механическими свойствами и низкой себестоимостью. Отходы сплава ЖС6У подвергаются электроэрозионному диспергированию (ЭЭД) в дистиллированной воде. Электроэрозионные никелевые порошки спекают, используя искровое плазменное спекание.

Процесс ЭЭД представляет собой разрушение токопроводящего материала в результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами [10 – 12]. Путем регулирования электрических параметров установки для ЭЭД можно получать за определенные промежутки времени нужное количество порошка заданных размеров и качества. Получаемые таким способом частицы порошковых материалов имеют, в основном, сферическую форму [13, 14].

Методы и принципы исследования

Для получения никелевого порошка использовали отходы жаропрочного сплава марки ЖС6У, которые измельчали методом электроэрозионного диспергирования в дистиллированной воде на оригинальной установке [12 – 14]. При диспергировании отходов ЖС6У параметры установки составляли: напряжение на электродах 190 – 210 В;



Рис. 1. Внешний вид системы (а), принципиальная схема синтеза (б) и общая схема нагрева (в) по методу искрового плазменного спекания

Fig. 1. The appearance of the system (a), the schematic diagram of the synthesis (b) and the general heating scheme (c) by the spark plasma sintering method

емкость конденсаторов 55 – 60 мкФ; частота следования импульсов 180 – 200 Гц. В результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами происходит разрушение отходов сплава с образованием частиц жаропрочного никелевого порошка. Спекание этого порошка осуществляли в системе SPS 25-10 «Thermal Technology» (США) при температуре 1300 °С, давлении 40 МПа, время выдержки составляло 10 мин. Внешний вид системы, принципиальная схема синтеза и общая схема нагрева по методу искрового плазменного спекания электроэрозионной шихты представлена на рис. 1.

Пористость исследовали с помощью оптического инвертированного микроскопа «OLYMPUS GX51» (Япония), оснащенного системой автоматизированного анализа изображе-

ний «SIMAGIS Photolab». Пористость образцов определяли металлографическим методом с элементами качественного и количественного анализов геометрии пор (стереоскопическая металлография). Использование приемов стереоскопической металлографии позволило вычислить удельную поверхность крупных пор, количество сферических пор в единице объема, среднее расстояние между порами, средний реальный диаметр сферических пор и другие показатели.

Блок-схема методики исследования пористости сплавов представлена на рис. 2.

Основные результаты

Анализ микроструктур жаропрочных сплавов, проведенный на электронно-ионном сканирующем (растровом) микроскопе с полевой эмиссией электронов «QUANTA 600 FEG», показал, что сплавы имеют мелкозернистое строе



Рис. 2. Блок-схема методики исследования пористости сплавов
Fig. 2. Block diagram of the method of studying the porosity of alloys

ние, без включений, равномерное распределение фаз. Значительные поры, трещины и несплошности отсутствуют.

Результаты исследования пористости изучаемого жаропрочного сплава, представлены в табл. 1 и на рис. 3. Стереоскопическая металлография позволила определить: удельную поверхность пор; количество сферических пор в единице объема; расстояние между порами; средний реальный диаметр сферических пор и др.

Экспериментально установлено, что новые жаропрочные сплавы, полученные искровым-плазменным спеканием электроэрозионной шихты, имеют пористость порядка 0,52 %. Для промышленных металлов и сплавов пористость составляет 1 %. Гистограмма распределения пор по размеру в жаропрочных сплавах из электроэрозионной шихты приведена на рис. 3.

Обсуждение

Структура жаропрочных сплавов практически без пор, это объясняется наличием в электроэрозионной шихте частиц разных фракций, что обеспечивает их плотную упаковку и так называемый «эффект плазмы искрового разряда» при искровом плазменном сплавлении.

Снижению пористости в сплавах из электроэрозионной шихты, полученной в дистиллированной воде, способствуют оксиды, которые восстанавливаются в процессе спекания с образованием активной губчатой металлической поверхности. Пористость и распределение пор по размерам в значительной мере определяет механические свойства новых жаропрочных сплавов.

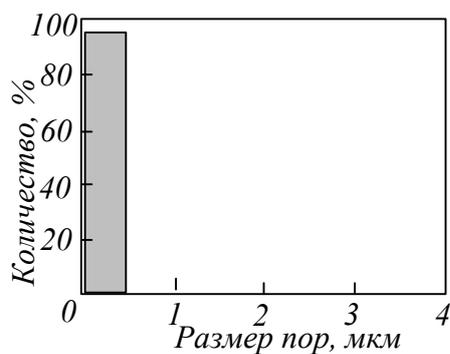


Рис. 3. Гистограмма распределения пор по размеру в жаропрочных сплавах из электроэрозионной шихты
Fig. 3. Histogram of pore size distribution in heat-resistant alloys made of electroerosion charge

Выводы

Исследована пористость жаропрочного сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием никелевого порошка, полученного электродиспергированием сплава ЖС6У в воде. Показана мелкодисперсность сплава, что объясняется высокой дисперсностью исходной электроэрозионной шихты и эффектом «подавления роста зерна» при искровом плазменном сплавлении за счет короткого времени рабочего цикла, высокого давления и равномерного распределения тепла по образцу при воздействии на него импульсного электрического тока и так называемого «эффекта плазмы искрового разряда».

Проведенные исследования позволят расширить сферы практического применения порошковых материалов, получаемых из металлоотходов сплава ЖС6У.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Ерёмин Е.Н., Филиппов Ю.О., Давлеткильдеев Н.А., Миннеханов Г.Н. Исследование структуры сплава ЖС6У методом атомно-силовой микроскопии // Омский научный вестник. 2011. № 1 (97). С. 24–29.
- Еремин Е.Н., Филиппов Ю.О., Маталасова А.Е. Исследование карбидных фаз в сплаве ЖС6У // Омский научный вестник. 2014. № 3 (133). С. 59–63.
- Ерёмин Е.Н., Филиппов Ю.О., Миннеханов Г.Н., Лопаев Б.Е. Исследование фазовых превращений в сплаве ЖС6У методами термического анализа // Омский научный вестник. 2013. № 1 (117). С. 63–68.
- Новикова О.В., Кочетков В.А., Виноградов А.И., Жуков А.А., Тихонов А.А., Маринин С.Ф. Применение газозиостатического прессования для повышения эксплуатационной надежности лопаток турбины из жаропрочного сплава типа ЖС6У // Заготовительные производства в машиностроении. 2007. № 8. С. 54–56.
- Агеева Е.В., Агеев Е.В., Карпенко В.Ю. Изучение формы и элементного состава порошка, полученного из вольфрамсодержащих отходов инструментальных материалов электроэрозионным диспергированием в водной среде // Упрочняющие технологии и покрытия. 2014. № 4 (112). С. 14–17.
- Латыпов Р.А., Агеев Е.В., Агеева Е.В., Новиков Е.П. Исследование алюминиевого порошка, полученного методом электроэрозионного диспергирования в дистиллированной воде // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2016. № 4. С. 19–22.
- Агеева Е.В., Хорьякова Н.М., Агеев Е.В. Морфология и элементный состав медных электроэрозионных порошков, пригодных к спеканию // Вестник машиностроения. 2014. № 10. С. 66–68.
- Агеева Е.В., Хардииков С.В., Агеева А.Е. Структура и свойства спеченных образцов из электроэрозионных хромсодержащих порошков, полученных в бутиловом спирте // Современные материалы, техника и технологии. 2021. № 6 (39). С. 4–11.
- Хардииков С.В., Агеева Е.В., Агеева А.Е. Анализ характеристик износостойкости спеченных изделий из электроэрозионного порошка стали X13, полученного в бутиловом спирте // Современные материалы, техника и технологии. 2021. № 6 (39). С. 58–64.
- Латыпов Р.А., Агеев Е.В., Агеева Е.В., Хорьякова Н.М. Сравнительный рентгеноспектральный микроанализ медного порошка, полученного электроэрозионным диспергированием, и медного порошка ПМС-1 // Электрометаллургия. 2017. № 4. С. 36–39.
- Агеева Е.В., Латыпов Р.А., Агеев Е.В., Алтухов А.Ю., Карпенко В.Ю. Оценка износостойкости электроискровых покрытий, полученных с использованием электроэрозионных порошков быстрорежущей стали // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2015. № 1. С. 71–76.
- Латыпов Р.А., Агеева Е.В., Кругляков О.В., Латыпова Г.Р. Электроэрозионные порошки микро- и нанометрических фракций для производства твердых сплавов // Электрометаллургия. 2016. № 1. С. 16–20.
- Latypov R.A., Latypova G.R., Ageev E.V., Altukhov A.Y., Ageeva E.V. Elemental composition of the powder particles produced by electric discharge dispersion of the wastes of a VK8 hard alloy // Russian Metallurgy (Metallurgy). 2017. Vol. 2017. No 12. P. 1083–1085.
- Агеев Е.В., Поданов В.О., Агеева А.Е. Микроструктура и элементный состав порошков, полученных в условиях электроэрози-

онной металлургии отходов жаропрочного никелевого сплава ЖС6У в воде // Металлург. 2022. № 5. С. 72–77.

REFERENCES

- Eremin E.N., Filippov Yu.O., Davletkildeev N.A., Minnekhanov G.N. ZhS6U alloy structure study by atomic force microscopy. *Omskij nauchnyj vestnik*. 2011, no. 1 (97), pp. 24–29. (In Russ.).
- Eremin E.N., Filippov Yu.O., Matalasova A.E. Research of carbide phases in alloy ZhS6U. *Omskij nauchnyj vestnik*. 2014, no. 3 (133), pp. 59–63. (In Russ.).
- Eremin E.N., Filippov Yu.O., Minnekhanov G.N., Lopaev B.E. Research of phase transformations in alloy by ZhS6U methods of thermal analysis. *Omskij nauchnyj vestnik*. 2013, no. 1 (117), pp. 63–68. (In Russ.).
- Novikova O.V., Kochetkov V.A., Vinogradov A.I., Zhukov A.A., Tikhonov A.A., Marinin S.F. Application of gas-static pressing to increase operational reliability of turbine blades made of heat-resistant alloy of type ZhS6U. *Zagotovitel'nye proizvodstva v mashinostroenii*. 2007, no. 8, pp. 54–56. (In Russ.).
- Ageeva E.V., Ageev E.V., Karpenko V.Yu. Study of the shape and elemental composition of powder obtained from tungsten-containing wastes of tool materials by electroerosive dispersion in an aqueous medium. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*. 2014, no. 4 (112), pp. 14–17. (In Russ.).
- Latypov R.A., Ageev E.V., Ageeva E.V., Novikov E.P. Study of aluminum powder obtained by electroerosive dispersion in distilled water. *Vse materialy. Enciklopedicheskij spravochnik*. 2016, no. 4, pp. 19–22. (In Russ.).
- Ageeva E.V., Khoryakova N.M., Ageev E.V. Morphology and elemental composition of copper electroerosive powders suitable for sintering. *Vestnik mashinostroeniya*. 2014, no. 10, pp. 66–68. (In Russ.).
- Ageeva E.V., Hardikov S.V., Ageeva A.E. Structure and properties of sintered samples from electroerosive chromium-containing powders obtained in butyl alcohol. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*. 2021, no. 6 (39), pp. 4–11. (In Russ.).
- Hardikov S.V., Ageeva E.V., Ageeva A.E. Analysis of wear-resistance characteristics of sintered articles from electric erosion powder of Kh13 steel obtained in butyl alcohol. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*. 2021, no. 6 (39), pp. 58–64. (In Russ.).
- Latypov R.A., Ageev E.V., Ageeva E.V., Khoryakova N.M. Comparative X-ray spectral microanalysis of copper powder obtained by electro-erosion dispersion and copper powder PMS-1. *Elektrometallurgiya*. 2017, no. 4, pp. 36–39. (In Russ.).
- Ageeva E.V., Latypov R.A., Ageev E.V., Altukhov A.Yu., Karpenko V.Yu. Assessment of wear resistance of electric spark coatings obtained using electric erosion powders of high-speed steel. *Izvestiya vysshih uchebnyh zavedenij. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya*. 2015, no. 1, pp. 71–76. (In Russ.).
- Latypov R.A., Ageeva E.V., Kruglyakov O.V., Latypova G.R. Electric erosion powders of micro- and nanometric fractions for the production of hard alloys. *Elektrometallurgiya*. 2016, no. 1, pp. 16–20. (In Russ.).
- Latypov R.A., Latypova G.R., Ageev E.V., Altukhov A.Y., Ageeva E.V. Elemental composition of the powder particles produced by electric discharge dispersion of the wastes of a VK8 hard alloy. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2017, vol. 2017, no 12, pp. 1083–1085.
- Ageev E.V., Podanov V.O., Ageev A.E. Microstructure and elemental composition of powders obtained under the conditions of electric erosion metallurgy of heat-resistant nickel alloy wastes ZhS6U in water. *Metallurg*. 2022, no. 5, pp. 72–77. (In Russ.).

Сведения об авторах

Евгений Викторович Агеев, д.т.н., профессор, профессор кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет
E-mail: ageev_ev@mail.ru
ORCID: 0000-0002-3862-8624

Олег Викторович Кругляков, к.т.н., доцент кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет
E-mail: o.kruglyakov@tmholding.ru

Вадим Олегович Поданов, аспирант кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет
E-mail: vadim.podanov@yandex.ru

Information about the authors

Evgeny V. Ageev, Dr. Sci. (Eng.), Professor, Professor of Chair of Materials and Transport Technology, Southwestern State University
E-mail: ageev_ev@mail.ru
ORCID: 0000-0002-3862-8624

Oleg V. Kruglyakov, Cand. Sci. (Eng.), Assist Professor of Materials Technology and Transport, Southwestern State University
E-mail: o.kruglyakov@tmholding.ru

Vadim O. Podanov, Postgraduate of Department of Materials and Transport Technology, Southwestern State University
E-mail: vadim.podanov@yandex.ru

Поступила в редакцию 20.02.2023
 После доработки 24.02.2023
 Принята к публикации 03.03.2023

Received 20.02.2023
 Revised 24.02.2023
 Accepted 03.03.2023