



УДК 669.245:539.26

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИСФИТА ВО ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ
МОНОКРИСТАЛЛАХ НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ
СПЛАВОВ**

А.И. Самойлов
доктор технических наук

Р.М. Назаркин

Н.С. Моисеева

Май 2013

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

Статья подготовлена для опубликования в журнале «Труды ВИАМ»,
№5, 2013 г.

А.И. Самойлов, Р.М. Назаркин, Н.С. Моисеева

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИСФИТА ВО ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ

Проблема определения параметров кристаллической решетки и определение несоответствия параметров решеток фаз в никелевых монокристаллических жаропрочных сплавах достаточно актуальна. Данные рентгеноструктурного анализа показывают, что монокристаллические никелевые жаропрочные сплавы не являются идеально совершенными монокристаллическими материалами, а состоят из большого числа субзерен, и каждое субзерно также имеет блочную структуру. Известно, что точно определить значение несоответствия параметров решеток фаз для монокристаллических никелевых жаропрочных сплавов трудно вследствие малых величин мисфита, сегрегации легирующих элементов, блочности структуры в кристаллах и искажения кристаллической решетки, вызванных межфазными напряжениями. Цель данной работы заключается в опробовании простого и надежного метода для определения фрагментации в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов при помощи рентгеновского дифрактометра.

Ключевые слова: монокристалл, жаропрочный сплав, мисфит, рентгеновский структурный анализ.

A.I. Samoilov, R.M. Nazarkin, N.S. Moiseeva

THE LATTICE MISFIT DETERMINATION IN FRAGMENTED SINGLE CRYSTALS OF NICKEL-BASED SUPERALLOY

The problem of lattice constant and lattice misfit determination in Nickel-based single crystal superalloy is very actual. The X-ray diffraction results indicate that the Nickel-based single crystal superalloy was not a perfect monocrystalline material, which is comprised of many subgrains; and each subgrain also consists of a large numbers of mosaic structures. It is well known, it is difficult to precisely measure the lattice misfit for nickel-based single crystal superalloys. The corresponding reasons are low values of misfit, segregation of refractory element, mosaic structure in crystals and

distorted lattice cells caused by coherent stress at phase interfaces. The purpose of this work is to develop a simple and reliable method for the determination of the fragments in the single crystals of Nickel-based superalloy by using an X-ray diffractometer.

Key words: *single crystal, superalloy, lattice misfit, X-Ray diffraction analysis.*

Современные монокристаллические никелевые жаропрочные сплавы (НЖС) обладают рядом уникальных характеристик, обуславливающих их применение в аэрокосмической промышленности. Контроль качества монокристаллических отливок – важная задача при производстве изделий из монокристаллических НЖС. Несовершенства монокристалла могут привести к методическим ошибкам при определении параметров кристаллической решетки НЖС.

Мисфит (несоответствие параметров кристаллических решеток γ -твердого раствора на основе никеля и γ' -интерметаллидной фазы на основе соединения Ni_3Al), как одна из характеристик тонкой структуры жаропрочных сплавов, в настоящее время рассматривается в качестве критерия оценки свойств материала и используется как один из основных параметров при разработке и оптимизации сплавов этого типа [1–3]. В перспективе его роль может быть распространена на разработку других систем с интерметаллидным упрочнением [4].

Развитие методики определения мисфита в жаропрочных материалах можно условно разделить на два этапа.

На первом – она базировалась на аналитическом расчете (без визуализации синглетов фаз) положения центра тяжести синглетов на базе Фурье-анализа экспериментального профиля при моделировании аппроксимирующих функций интенсивности фазовых γ - и γ' -синглетов с помощью распределения Гаусса [5]. Объект исследования – сплавы равноосной кристаллизации. Отсутствие визуализации синглетов снижало достоверность результата, а в некоторых случаях – делало расчет невозможным [6].

Второй этап отмечен развитием графически-аналитического подхода к проблеме. Использование современных компьютерных программ, в основе которых лежит визуализация результата расщепления экспериментального профиля рефлекса [7], устраняет практически все проблемы, кроме одной – анализ фрагментированных монокристаллов.

Влияние рефлексов-сателлитов (от фрагментов) на дифракционную картину экспериментального $\text{Fe } K_\alpha$ -рефлекса (222), обычно используемого при определении мисфита [8, 9], показано на рис. 1. Такие рефлексы могут иметь различную форму,

имитируя, например, дублет K_α -излучения, а фрагментарность объекта (рис. 1, б), например, выражена менее четко, но проявляется в неравенстве для левого синглета соотношения интенсивностей спектрального дублета: $I_{\alpha_1}/I_{\alpha_2} \neq 2/1$. Попытка разделения рефлекса (222) в этом образце, так же, как и в первом, при оценке мисфита ведет к искажению результата.

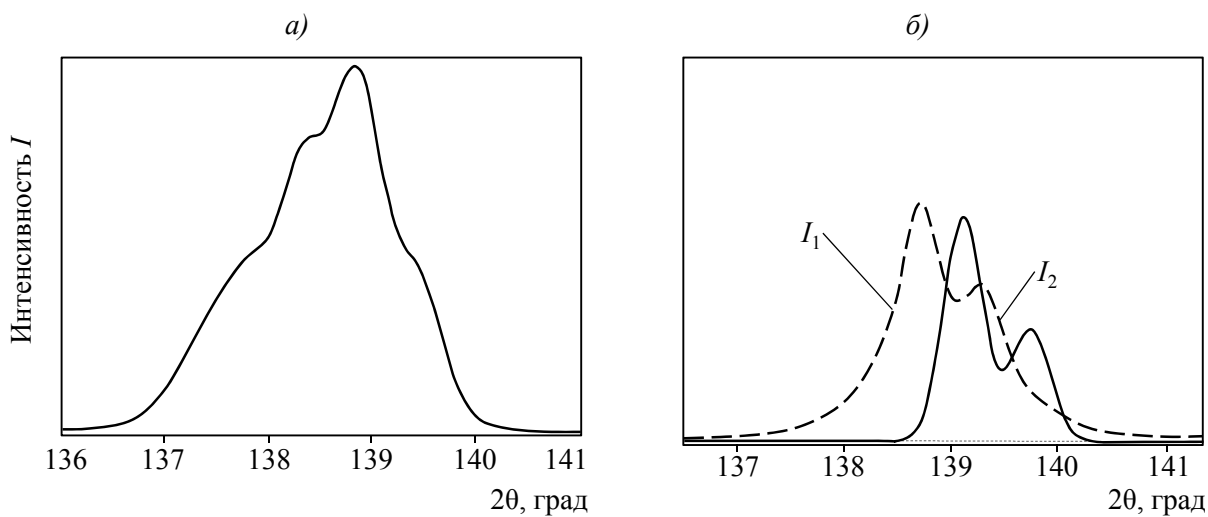


Рисунок 1. Дифрактограммы сплавов ВЖМ4 (а) и ЖС32 (б)

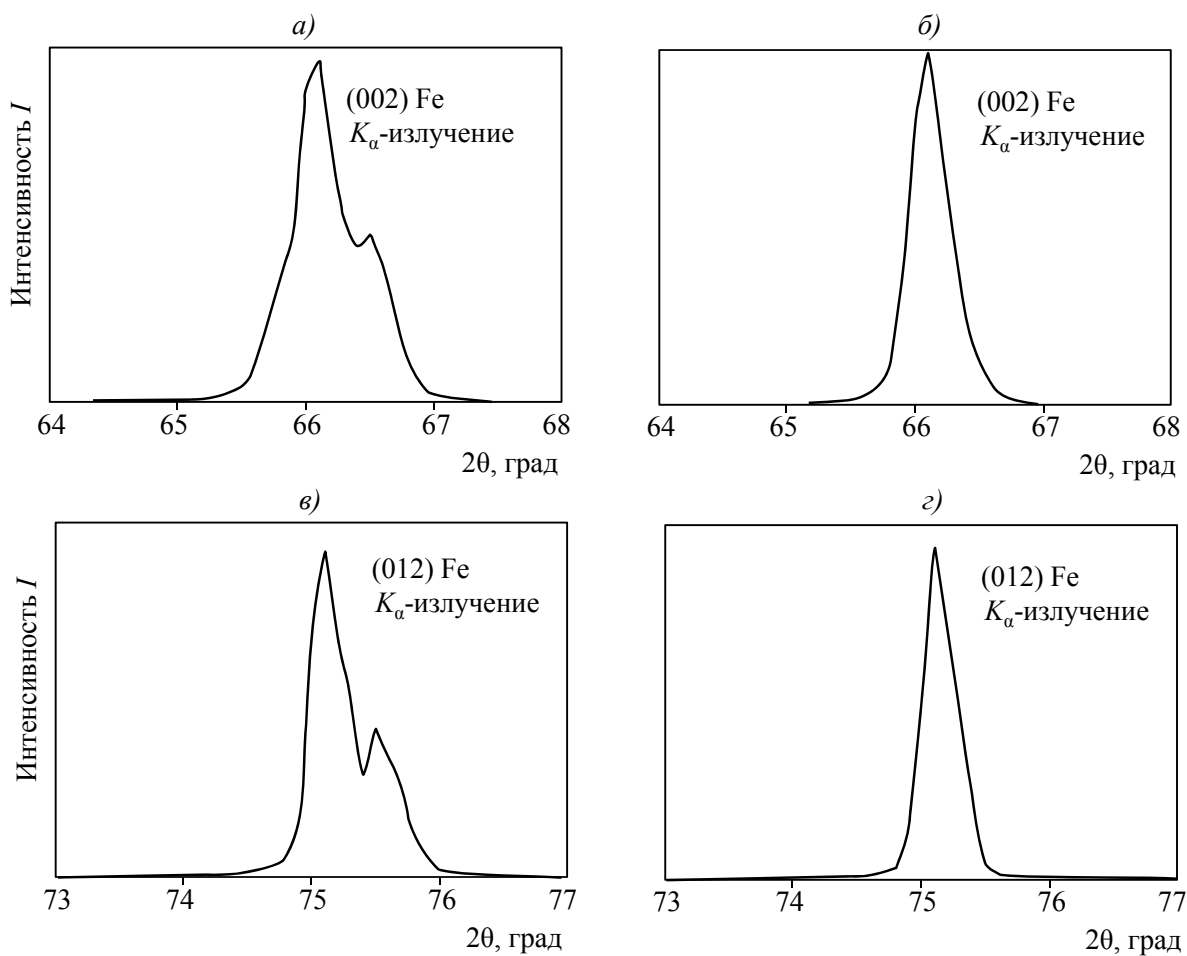


Рисунок 2. Дифрактограммы монокристалла Ni_3Al

Нагляднее фрагментация монокристаллов наблюдается на однофазном интерметаллидном (Ni_3Al) материале (рис. 2, а, в), где вместо γ' -монорефлексов единственной в образце γ' -фазы основного (002) и сверхструктурного (012) рефлексов (дублет α_1/α_2 на малых углах не просматривается) видны 3 и 2 ложных синглета соответственно, хотя «конструкция» указанных рефлексов должна быть односинглетной. Действительно, из рис. 2, б, г следует, что с помощью полярного (ψ) и азимутального (ϕ) поворотов образца (юстировки) можно практически полностью «очистить» рефлекс от следов фрагментации.

В целом существует несколько рентгеновских признаков фрагментированности монокристаллов жаропрочных сплавов: наличие «лишних» сингулярных точек на кривой экспериментального (суммарного) профиля рефлексов фаз, т. е. несоответствие их количества ожидаемому; зависимость формы профиля рефлекса от геометрии съемки (эффект фокусировки); произвольное соотношение интенсивностей синглетов или их размытия и др. [10].

Достоверность результата определения мисфита может быть обеспечена только при анализе всего спектра рефлексов фрагментов, образующих кристалл заданного направления роста. Визуальный анализ каждого из рефлексов внутри зоны рассеяния фрагментов обеспечивает выбор качественного кристаллита, коррекцию его углов ϕ и ψ или отбраковывает образец как непригодный для определения мисфита из-за множественности фрагментов и вероятности их перекрытия. Запись совокупности рефлексов от фрагментов, образующих зону рассеяния направлений роста кристаллитов, осуществляется с помощью программы EXPRESS (МИСиС, Москва). При неподвижном детекторе дифрактометра, установленном в положении угла Брегга оперативного рефлекса (2θ (222) или 2θ град (004)), сканируется интенсивность зоны отражений ($I > 0$) в интервале $\theta \pm \alpha$, где α – граница зоны рассеяния директивного направления роста кристалла (обычно (111) или (001)).

В процессе сканирования образец вращается в собственной плоскости в дифрактометрической приставке и одновременно вокруг оси гониометра. Автомат контроля регистрации результатов сканирования отключен. Сканограмма образца при неподвижном детекторе кроме степени совершенства кристаллита информирует также об отклонении осей роста фрагментов (α) от технологически заданных, например, тех же $\langle 001 \rangle$ или $\langle 111 \rangle$, а также об их разбросе ($\Delta\alpha$), расчет которых следует из рис. 3.

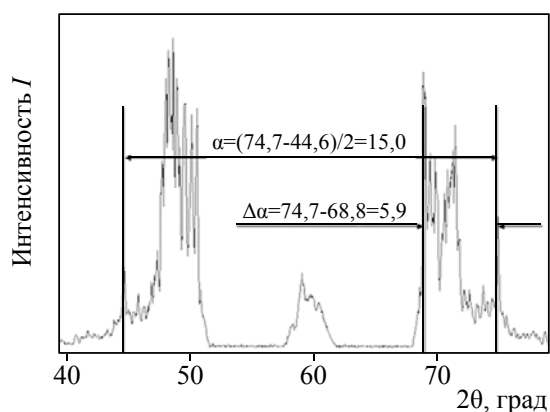


Рисунок 3. Наложение (004) синглетов фрагментированного $\langle 001 \rangle$ кристаллита: α – среднее отклонение оси роста семейства фрагментов от директивного направления $\langle 001 \rangle$; $\Delta\alpha$ – зона разброса значений

Предполагается, что конструкция рентгеновского дифрактометра позволяет автономное движение детектора и образца вокруг оси гониометра. Когда фрагментация монокристалла обнаружена и оценена, определение мисфита выполняется посредством стандартной методики, описанной в работах [6, 7] для фрагмента монокристалла с самой совершенной субструктурой.

Изложенная методика позволяет решать две практические задачи, возникающие при производстве монокристаллических лопаток турбины ГТД из литейных никелевых жаропрочных сплавов: определение качества литой лопатки или заготовки – выявление фрагментации монокристалла; определение параметров кристаллической решетки γ -твердого раствора и упрочняющей γ' -фазы на основе интерметаллида Ni_3Al , что необходимо для вычисления мисфита фаз и прогнозирования поведения жаропрочного сплава [11–14]. Данная методика отличается высокой точностью и удобна при исследовании монокристаллов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов /В сб. Авиационные материалы и технологии. Вып. «Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД». М.: ВИАМ. 2004. С. 3–21.
2. Протасова Н.А., Светлов И.Л., Бронфин М.Б., Петрушин Н.В. Размерное несоответствие периодов кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в монокристаллах жаропрочных никелевых сплавов //ФММ. 2008. Т. 106. №5. С. 512–519.
3. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения /В сб.: Авиационные материалы и технологии: Юбилейный науч.-техн. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии»). М.: ВИАМ. 2012. С. 36–52.
4. Фридляндер И.Н., Сетюков О.А., Самойлов А.И. Субструктурные особенности δ' (Al₃Li)-фазы в Al–Li сплавах /В сб. Труды науч.-технич. конф., посвященной 100-летию со дня рожд. академика С.Т. Кишкина. «Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение». М.: ВИАМ. 2006. С. 235–244.
5. Самойлов А.И., Игнатова И.А., Кривко А.И., Козлова В.С. и др. Определение несоответствия периодов кристаллических решеток γ - и γ' -фаз никелевых жаропрочных сплавов методом Фурье-анализа профиля рентгеновских дифракционных рефлексов //Заводская лаборатория. 1983. Т. 49. №6. С. 42–44.
6. Самойлов А.И., Кириллов К.В. Игнатова И.А. и др. Повышение надежности метода Фурье при определении размерного несоответствия γ - и γ' -фаз в жаропрочных сплавах //Заводская лаборатория. 1990. Т. 56. №6. С. 69–72.
7. Yokokawa T., Osawa M., Murakami H., Kobayashi T., Koizumi Y., Yamagata T., Harada H. High Temperature Measurement of Gamma/Gamma Prime Lattice Misfit in Third Generation Ni Base Superalloy /In: Proceedings of the 6th Conference on Materials for Advanced Power Engineering, Liege, Belgium. 1998. Part II. P. 1121–1128.
8. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Рощина И.Н. Размерное несоответствие кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах /В сб. Авиационные материалы и технологии. Вып. «Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства спла-

- вов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД». М.: ВИАМ. 2004. С. 48–57.
9. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Назаркин Р.М., Моисеева Н.С. О природе расщепления γ -сателлитов рентгеновских дифракционных рефлексов жаропрочных монокристалльных никелевых сплавов //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76. №12. С. 26–29.
 10. Tan X.P., Liu J.L., Song X.P., Jin T., Sun X.F., Hu Z.Q. Measurements of γ/γ' lattice misfit and γ' volume fraction for a Ru-containing Nickel-based Single crystal superalloy //J. of Materials Science and Technology. 2011. V. 27 (10). p. 899–905.
 11. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова 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.
 12. Андриенко А.Г., Гайдук С.В., Милосердов А.Б., Тихомирова Т.В. Изменение механических свойств жаропрочного сплава ЖСЗЛС-ВИ в зависимости от содержания гафния //Авиационные материалы и технологии. 2012. №3. С. 13–16.
 13. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толорайя В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение. 1997. 336 с.
 14. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы /В сб. Авиационные материалы и технологии: Юбилейный науч.-техн. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии»). М.: ВИАМ. 2012. С. 57–60.