

УДК 669.018.44:669.245

*И.В. Исходжанова¹, Ю.А. Бондаренко¹, М.А. Лаптева¹***ОЦЕНКА СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА, ПОЛУЧЕННОГО ПРИ РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ВИДЕОИЗОБРАЖЕНИЙ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-12-6-6

Представлены исследования по разработке методик оценки геометрических характеристик, объемной доли пористости и неравновесной (γ - γ')-эвтектики, а также геометрических характеристик частиц упрочняющей γ' -фазы в никелевом монокристаллическом жаропрочном сплаве ЖС32У-ВИ. Приведены результаты исследований по предлагаемым методикам количественного металлографического анализа заготовок из сплава ЖС32У-ВИ, полученных направленной кристаллизацией из расплава в условиях различного температурного градиента.

Ключевые слова: *количественный анализ видеоизображений, методики оценки геометрических характеристик и объемной доли, пористость, направленная кристаллизация.*

The article presents a research on development of methods to assess the geometric characteristics and volume fraction of porosity, the geometric characteristics and volume fraction of eutectic (γ - γ')-phase, and the geometric characteristics of particles of the hardening γ' -phase in monocrystalline Ni superalloys ZhS32U-VI. The results of investigations on proposed methods of quantitative metallographic analysis of blanks from the ZhS32U-VI superalloy, derived by directional solidification from the melt in different temperature gradient are presented.

Keywords: *quantitative analysis of video images, methods to assess the geometric characteristics and volume fraction, porosity, directional solidification.*

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

В настоящее время большинство наиболее нагруженных деталей горячего тракта газотурбинных двигателей (ГТД) – охлаждаемые и неохлаждаемые рабочие лопатки – изготавливаются методом направленной кристаллизации, обеспечивающим получение в отливках направленной или монокристаллической структуры [1, 2]. При их получении используют специально созданные многокомпонентные никелевые жаропрочные сплавы [3, 4], максимально легированные тугоплавкими элементами d -переходных металлов (Mo, W, Ta, Re) в количестве, ограниченном предельной растворимостью в γ -твердом растворе и равновесной с ним γ' -фазе.

Промышленная технология направленной кристаллизации лопаток ГТД базируется на методе, в котором технологический процесс осуществляется перемещением керамической формы из зоны нагрева в зону охлаждения [5, 6]. При этом формируется неоднородная по химическому составу дендритная структура, в которой образование наиболее развитых осей первого порядка происходит в направлении отвода тепла. В структуре дендритов присутствуют различные по размеру и форме частицы упрочняющей γ' -фазы, выделения глобулярных образований (γ - γ')-эвтектики, закристаллизовав-

шейся в межосных участках, там же присутствуют поры, механизм образования которых обусловлен различием молярных объемов жидкой и твердой фаз [6–10].

Характер структуры жаропрочных сплавов, включая особенности структурных составляющих, во многом определяет их свойства. В связи с этим необходимо проводить системные исследования, направленные на решение материаловедческих задач, связанных с регулированием свойств жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) путем изменения их структуры и с повышением стабильности свойств этих сплавов [9]. Однако существующие отечественные и зарубежные методы исследования структуры ЖНС не в полной мере отражены в научно-технической литературе. Существующие методы определения объемной доли пор и эвтектической (γ - γ')-фазы являются интегральными, т. е. предоставляют информацию об усредненном по объему образца значении анализируемого параметра.

Применение анализатора изображений Image Expert Pro 3x для количественного анализа структуры никелевого жаропрочного сплава является более эффективным. Метод анализа оптического изображения позволяет проводить измерения объемной доли пор и (γ - γ')-эвтектики, предоставляя информацию о геометрических характеристиках пор и частиц (γ - γ')-эвтектики, таких как площадь, длина, ширина, вытянутость, параметр формы, расстояние между объектами и т. д., и о характере их распределения на плоскости шлифа (например, расстояние до поверхности детали) [11–14].

Основное допущение этого метода состоит в том, что распределение пор и (γ - γ')-эвтектики в плоскости случайно выбранного поперечного сечения соответствует объемному распределению их в металле [15, 16].

Поры в монокристаллических лопатках являются опасными дефектами, поскольку они вызывают концентрацию напряжений и таким образом инициируют преждевременное их разрушение. Несмотря на малый размер и низкую объемную долю, поры существенно снижают свойства монокристаллических ЖНС, в особенности их сопротивление мало- и многоциклового усталости. В связи с этим исследование пористости в монокристаллах ЖНС, а именно процесса образования пор и их влияния на эксплуатационные характеристики монокристаллических лопаток из жаропрочных никелевых сплавов, имеет важное практическое значение.

Определяющим фактором, обеспечивающим стабильность свойств ЖНС, является равномерное распределение упрочняющей γ' -фазы в объеме металла [9].

Целью данной работы являлась разработка методов оценки:

- объемной доли и геометрических характеристик кристаллизационных пор;
- объемной доли и геометрических характеристик (γ - γ')-эвтектических образований;
- геометрических параметров частиц упрочняющей γ' -фазы в осях и межосных пространствах дендритов в жаропрочном монокристаллическом сплаве ЖС32У-ВИ.

Материалы и методы

В качестве объекта исследований выбран разработанный в ВИАМ никелевый ренийсодержащий сплав ЖС32У-ВИ, предназначенный для монокристаллического литья изделий, имеющий высокие жаропрочные свойства [3, 10]. Методом количественного металлографического анализа исследованы заготовки из сплава ЖС32У-ВИ, полученные направленной кристаллизацией из расплава с различным температурным градиентом (табл. 1). Кристаллографическая ось заготовок соответствовала ориентации $\langle 001 \rangle$.

Таблица 1

**Параметры изготовления образцов из сплава ЖС32У-ВИ
для количественного металлографического анализа**

Условный номер образца	Температурный градиент, °С/см	Скорость кристаллизации, мм/мин
1	20	5
2	100	5
3	200	5

Микроструктуру сплава исследовали с применением светового инвертированного микроскопа Leica DM IRM. Изображения получали при помощи видеокамеры VEC335, присоединенной к компьютеру.

Количественный анализ γ' -фазы проводили на изображениях, полученных на растровом электронном микроскопе JSM-6490LV, анализируя 5 полей зрения в осях дендрита и 5 полей зрения в межосном пространстве для каждого образца.

Для анализа и обработки видеоизображений использовали отечественную программу Image Expert Pro 3x, разработанную фирмой «НЕКСИС».

Методики количественного анализа видеоизображений

Частицы γ' -фазы на изображениях с РЭМ

Поскольку изображения частиц γ' -фазы не всегда были достаточного качества, то для проведения автоматического количественного анализа их закрашивали в полуавтоматическом режиме: на подготовленном к количественному анализу изображении цветом (например, зеленым) в автоматическом режиме закрашивали («заливали») частицы γ' -фазы, а затем другим цветом (например, синим) на графическом планшете Wacom intios² A3 вручную перекрашивали («отмечали») частицы с наиболее правильной формой.

Пример такой обработки изображения показан на рис. 1 (а, в, д – приведены исходные изображения; б, г, е – те же изображения после закрашивания в автоматическом и выделения в «ручном» режимах).

Обнаружено, что кубические частицы γ' -фазы в образцах 1 и 2 достигают в процессе более медленного охлаждения таких размеров, что «разделяются» впоследствии на 8 сопоставимых по объему и форме частей (на 4 части – в плоскости шлифа) с прослойками γ -фазы практически равной толщины между ними. Зрительно эти «разделившиеся» части могут восприниматься как отдельные частицы. Для того чтобы программа воспринимала их как один объект, на графическом планшете Wacom intios² A3 вручную линиями соединяли «разделившиеся» частицы γ' -фазы (рис. 1). Такой подход верен только для крупных частиц γ' -фазы, которые «разделяются» на четыре более мелкие части в плоскости шлифа (на 8 частей – в объеме). Если же эти более мелкие части считать отдельными (самостоятельными) частицами, то результаты количественного анализа частиц γ' -фазы будут показывать, что их средний размер уменьшается с замедлением скорости охлаждения, что является неверным.

Микропористость

Количественный анализ микропор проводили на нетравленных шлифах, анализируя 25 полей зрения с наибольшей объемной долей пор. Поры закрашивали цветом в автоматическом режиме, используя программу Image Expert Pro 3x.

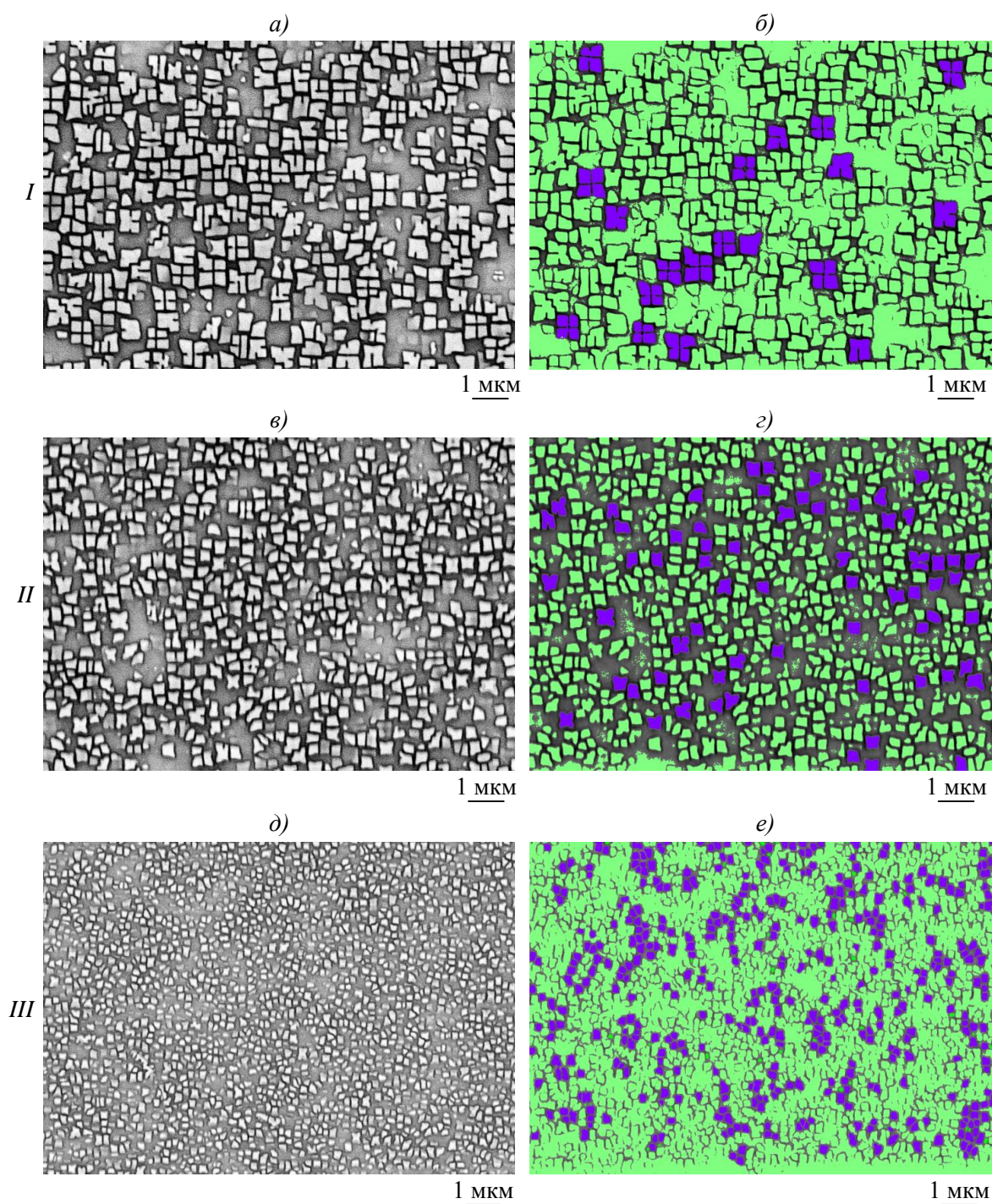


Рис. 1. Выделение цветом частиц γ' -фазы в оси дендрита образцов 1 (I), 2 (II) и 3 (III): а, в, д – исходные изображения; б, г, е – те же изображения после предварительного закрашивания зеленым цветом в автоматическом и выделения в ручном режимах наиболее заметных частиц γ' -фазы синим цветом

Эвтектика

Количественный анализ объемной доли (γ - γ')-эвтектики проводили, анализируя 10 полей зрения для каждого образца на шлифах после травления. В связи с тем, что эвтектика имеет различную степень окрашивания, выделить ее изображение автоматически не представляется возможным, поэтому в работе закрашивали области эвтектики вручную при помощи графического планшета Wacom intios² А3.

Результаты

Морфология частиц γ' -фазы

Микроструктура образцов, полученная с помощью РЭМ, после различных режимов выплавки приведена на рис. 2 (*а, в, д* – частицы γ' -фазы в осях дендритов; *б, г, е* – в межосном пространстве).

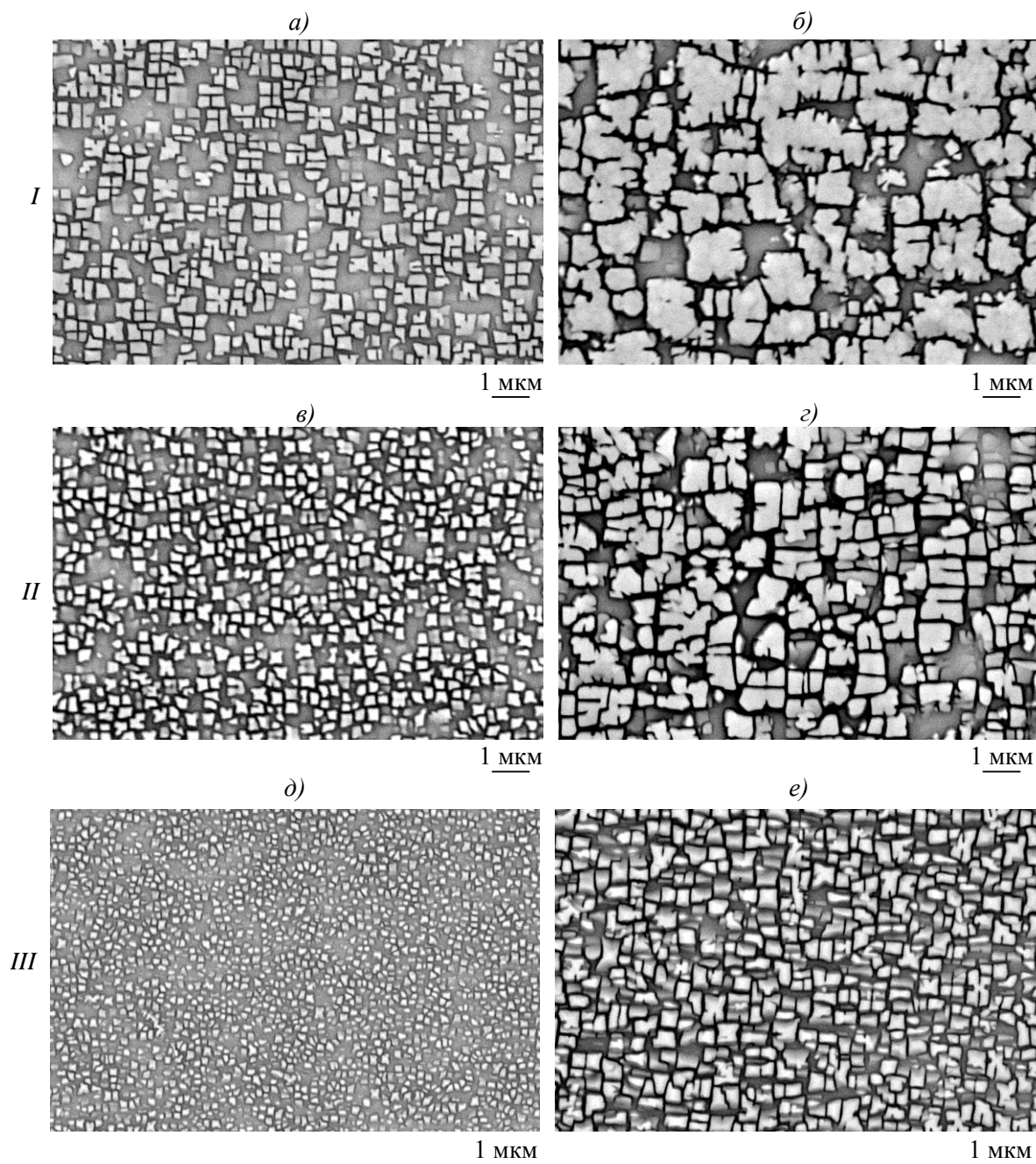


Рис. 2. Микроструктура образцов *1 (I)*, *2 (II)* и *3 (III)* из сплава ЖС32У, полученная с помощью РЭМ: *а, в, д* – частицы γ' -фазы в оси дендрита; *б, г, е* – в межосном пространстве

Установлено (табл. 2 и 3), что с увеличением температурного градиента с 20 до 200°С/см при постоянной скорости кристаллизации, равной 5 мм/мин, размер частиц уменьшается в осях более чем в 3 раза, в межосных пространствах – в 2 раза. При этом

параметр, показывающий сложность формы частиц (равный отношению периметра частицы P к корню квадратному из площади частицы S), существенно уменьшается в осях дендритов (т. е. частицы становятся более простой формы) и незначительно – в межосных пространствах.

Таблица 2

Геометрические характеристики частиц γ' -фазы в осях дендритов (средние значения)

Условный номер образца	Длина	Ширина	Средний диаметр	Средний диаметр окружности эквивалентной площади	Параметр формы $P\sqrt{S}$
	мкм				
1	0,74±0,01	0,62±0,01	0,68±0,01	0,56±0,01	7,21±0,13
2	0,43±0,00	0,33±0,00	0,38±0,00	0,35±0,00	5,14±0,03
3	0,22±0,00	0,17±0,00	0,19±0,00	0,19±0,00	4,70±0,01

Примечание. Максимальный диаметр Фере (длина) – $D_{i \max}$, мкм (большая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); минимальный диаметр Фере (ширина) – $D_{i \min}$, мкм (меньшая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); средний диаметр $D_{cp} = \Sigma[(D_{cp \max} + D_{cp \min})/2]/N$, мкм; средний диаметр окружности эквивалентной площади – диаметр окружности, площадь которой равна площади объекта (неправильной формы).

Таблица 3

Геометрические характеристики частиц γ' -фазы в межосном пространстве (средние значения)

Условный номер образца	Длина	Ширина	Средний диаметр	Средний диаметр окружности эквивалентной площади	Параметр формы $P\sqrt{S}$
	мкм				
1	1,68±0,06	1,41±0,05	1,54±0,05	1,35±0,04	5,76±0,19
2	1,35±0,08	1,06±0,07	1,20±0,07	1,04±0,06	6,06±0,14
3	0,86±0,02	0,70±0,01	0,78±0,02	0,70±0,01	5,11±0,09

Примечание. Максимальный диаметр Фере (длина) – $D_{i \max}$, мкм (большая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); минимальный диаметр Фере (ширина) – $D_{i \min}$, мкм (меньшая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); средний диаметр $D_{cp} = \Sigma[(D_{cp \max} + D_{cp \min})/2]/N$, мкм; средний диаметр окружности эквивалентной площади – диаметр окружности, площадь которой равна площади объекта (неправильной формы).

Эвтектика

Микроструктура слитков, полученная на оптическом микроскопе, приведена на рис. 3 (на этих изображениях области $(\gamma-\gamma')$ -эвтектики закрашены).

Определение объемной доли и геометрических характеристик образований $(\gamma-\gamma')$ -эвтектики приведены в табл. 4.

Таблица 4

Объемная доля и геометрические характеристики образований $(\gamma-\gamma')$ -эвтектики

Условный номер образца	Объемная доля эвтектики, %	Максимальный размер (длина) эвтектики	Средний диаметр эвтектики	Средний максимальный диаметр (длина) эвтектики
		мкм		
1	0,7154	73,50	19,54±0,92	24,42±1,19
2	0,3478	48,59	9,59±0,31	12,15±0,43
3	0,2324	44,41	7,45±0,31	9,61±0,41

Примечание. Максимальный диаметр Фере (длина) – $D_{i \max}$, мкм (большая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); средний диаметр $D_{cp} = \Sigma[(D_{cp \max} + D_{cp \min})/2]/N$, мкм; средний максимальный диаметр (средняя длина) $D_{cp \max} = \Sigma(D_{i \max})/N$, мкм, где $i=1, 2, \dots, N$ – количество измеренных объектов.

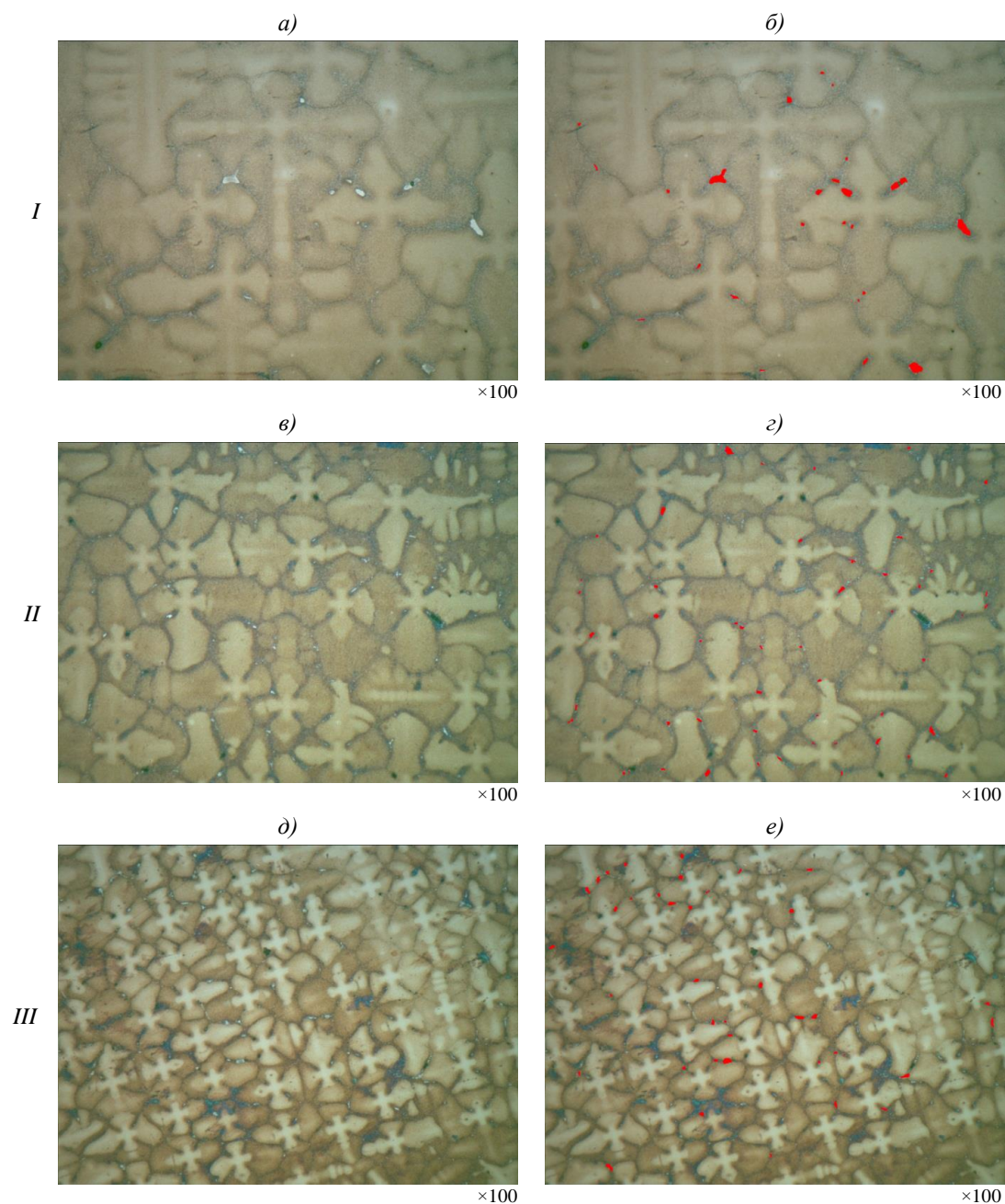


Рис. 3. Выделение цветом образований (γ-γ')-эвтектики в образцах 1 (I), 2 (II) и 3 (III): а, в, д – исходные изображения; б, г, е – те же изображения после выделения образований (γ-γ')-эвтектики красным цветом

Микропористость

Результаты количественного анализа объемной доли и размеров пор приведены в табл. 5.

Таблица 5

Объемная доля и размер пор в образцах из сплава ЖС32У-ВИ

Условный номер образца	Объемная доля пор, %	Максимальный размер (длина) пор	Средний диаметр пор
		мкм	
1	0,124	69,4	15,61±0,94
2	0,036	33,5	10,12±0,63
3	0,011	21,6	5,36±0,56

Примечание. Максимальный диаметр Фере (длина) – $D_{i \max}$, мкм (большая сторона описанного вокруг объекта прямоугольника); средний диаметр $D_{cp} = \sum[(D_{cp, \max} + D_{cp, \min})/2]/N$, мкм.

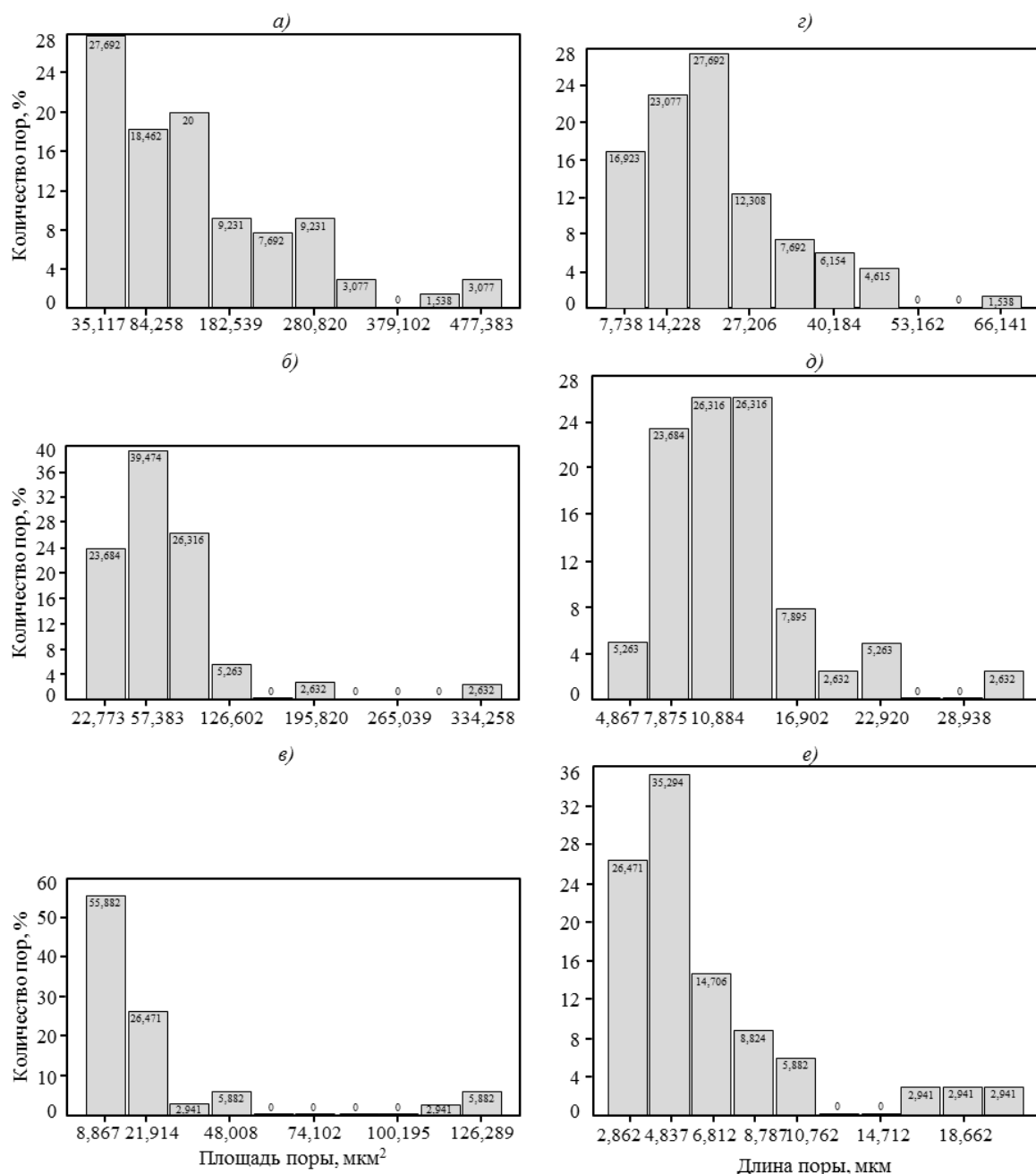


Рис. 4. Гистограммы распределения пор по площади (а–в) и максимальному размеру (длине) пор (г–е):

а, г – образец 1, градиент 20°C/см; б, д – образец 2, градиент 100°C/см; в, е – образец 3, градиент 200°C/см

Гистограммы распределения пор по площади и максимальному размеру (длине) приведены на рис. 4. Видно, что с увеличением температурного градиента площадь и максимальный размер пор значительно уменьшаются.

Обсуждение и заключения

Разработанные методики позволяют оценить геометрические характеристики, количество пор и (γ - γ')-эвтектики и их распределение в объеме образца, а также определить характер распределения и геометрические характеристики упрочняющей γ' -фазы в γ -матрице методом количественной металлографии с применением анализатора изображений Image Expert Pro 3x.

Установлено, что с увеличением температурного градиента с 20 до 200°C/см происходит уменьшение:

- размера частиц γ' -фазы в осях дендритов (в 3 раза) и в межосном пространстве (в 2 раза);
- размера образований (γ - γ')-эвтектики (в 2,5 раза);
- объемной доли и размера пор (в 11,3 и 3 раза соответственно).

Полученные результаты имеют важное практическое значение, так как размер и морфология частиц упрочняющей фазы, геометрические характеристики, объемная доля пор и эвтектических частиц, их распределение в объеме образца во многом определяют прочностные характеристики литейных монокристаллических жаропрочных сплавов. С их помощью возможно скорректировать режимы последующей термообработки заготовок для получения оптимальной структуры и повышения эксплуатационных характеристик материала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия /Под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука. 2006. 632 с.
2. 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.
3. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Компьютерное конструирование жаропрочного никелевого сплава IV поколения для монокристаллических лопаток газовых турбин /В кн. Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука. 2006. С. 98–116.
4. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 36–52.
5. Бондаренко Ю.А., Каблов Е.Н., Морозова Г.И. Влияние высокоградиентной направленной кристаллизации на структуру и фазовый состав жаропрочного сплава типа Rene N5 //МиТОМ. 1999. №2. С. 15–18.
6. Бондаренко Ю.А., Каблов Е.Н. Направленная кристаллизация жаропрочных сплавов с повышенным температурным градиентом //МиТОМ. 2002. №7. С. 20–23.
7. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сулова В.А., Нарский А.Р. Влияние температурного градиента на фронте роста на структуру жаропрочного сплава при направленной кристаллизации //Литейщик России. 2014. №5. С. 24–27.
8. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Каблов Д.Е. Особенности структуры и жаропрочных свойств монокристаллов <001> высокорениевого никелевого жаропрочного сплава, полученного в условиях высокоградиентной направленной кристаллизации //Авиационные материалы и технологии. 2011. №4. С. 25–31.
9. Каблов Е.Н., Орлов М.Р., Оспенникова О.Г. Механизмы образования пористости в монокристаллических лопатках турбины и кинетика ее устранения при горячем изостатическом прессовании //Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 117–129.
10. Жаропрочный сплав на основе никеля: пат. 2148099 Рос. Федерация; опубл. 18.01.99. Бюл. №12.
11. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов //Труды ВИАМ. 2013. №5. Ст. 06 (viam-works.ru).
12. Светлов И.Л., Исходжанова И.В., Евгенов А.Г., Наприенко С.А. Исследование высокотемпературной ползучести и дефектности структуры монокристаллов никелевого жаропрочного сплава после горячего изостатического прессования //Деформация и разрушение материалов. 2011. №3. С. 28–32.
13. Нейман А.В., Филонова Е. В., Исходжанова И. В. О локальной рекристаллизации в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов //Металлургия и машиностроение. 2013. №1. С. 19–22.
14. Сидоров В.В., Исходжанова И.В., Ригин В.Е., Фоломейкин Ю.И. Оценка эффективности фильтрации при разливке сложнелегированного никелевого расплава //Электрометаллургия. 2011. №11. С. 17–21.
15. Кларк Э.Р., Эберхардт К.Н. Микроскопические методы исследования материалов. М.: Техносфера. 2007. 376 с.
16. Гуляев А.И., Исходжанова И.В., Журавлева П.Л. Применение метода оптической микроскопии для количественного анализа структуры ПКМ //Труды ВИАМ. 2014. №7. Ст. 07 (viam-works.ru).