

УДК 669.245

Н.А. Кузьмина¹, Л.А. Пьянкова²**КОНТРОЛЬ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ОРИЕНТАЦИИ
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОТЛИВОК
НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ
МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-11-19

Рассматриваются методы рентгеновской дифракции, применяемые для оценки качества структуры монокристаллических отливок жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС). Приводятся результаты определения кристаллографической ориентации (КГО) монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов, полученные на рентгеновском дифрактометре, оснащенный изогнутым позиционно-чувствительным детектором. Приводятся экспериментальные данные оптимальных условий регистрации кривой «качания» в целях контроля кристаллографической ориентации монокристаллических отливок ЖНС.

Ключевые слова: кристаллографическая ориентация монокристаллов, рентгеновская дифракция, изогнутый позиционно-чувствительный детектор, кривые «качания», контроль кристаллографической ориентации.

N.A. Kuzmina¹, L.A. Pyankova²**CONTROL OF CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION
OF MONOCRYSTALLINE NICKEL
CASTINGS HEAT-RESISTANT ALLOYS
BY X-RAY DIFFRACTOMETRY**

The article analyzes the methods of x-ray diffraction used to assess the quality of the structure of single-crystal castings of heat-resistant nickel alloys. The results of determination of crystallographic orientation of single crystals of nickel heat-resistant alloys obtained on an x-ray diffractometer equipped with a curved position-sensitive detector are presented. The data of optimal shooting conditions for obtaining a «swing» curve in order to control the crystallographic orientation of single-crystal castings are presented.

Keywords: crystallographic orientation of single crystals, x-ray diffraction, curved position-sensitive detector, «swing» curves, control of crystallographic orientation.

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

²Акционерное общество «Научные приборы» [Joint Stock Company «Scientific instruments»]; e-mail: difray@sinstr.ru

Введение

В горячем тракте газотурбинных двигателей (ГТД) и газотурбинных установок (ГТУ) самыми термонапряженными деталями являются рабочие лопатки из жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС), которые должны работать десятки тысяч часов в широких интервалах напряжений и температур, нередко приближающихся к температуре плавления сплава [1–3].

Для производства монокристаллических лопаток используют современные безуглеродистые жаропрочные никелевые сплавы, обладающие высокими характеристиками жаропрочности. В отличие от поликристаллических изотропных материалов

физические свойства монокристаллов жаропрочных сплавов анизотропны и зависят от кристаллографического направления структуры, совпадающего с осью приложения внешней нагрузки. Поэтому к лопаткам из этих сплавов предъявляются очень жесткие требования по качеству кристаллической структуры, от которого во многом зависят механические свойства изделий из ЖНС [4–6].

Для того чтобы обеспечить оптимальный комплекс механических свойств и максимальный ресурс работы изделия, учитывают анизотропию физико-механических свойств и выбирают рациональную кристаллографическую ориентацию монокристалла относительно направления действия главных напряжений. Оптимальное сочетание прочностных свойств обеспечивают монокристаллы, выращенные в направлении [001] или [111], совпадающим с осью приложения внешней нагрузки. Поэтому в технологии производства монокристаллических литых лопаток существуют требования по аксиальной (осевой) кристаллографической ориентации [7–10].

Для того чтобы кристалл, образующий лопатку, рос в соответствии с заданным кристаллографическим направлением, применяют метод направленной кристаллизации, когда направление теплоотвода одинаково по всей поверхности фронта роста и совпадает с направлением кристаллизации, а также технологию затравочного монокристаллического литья. При этом монокристаллическая структура передается лопатке от специально подготовленной затравки, которая позволяет расти в заданном направлении только одному кристаллу (рис. 1). Очевидно, что качество структуры затравки во многом определяет структуру будущей лопатки.

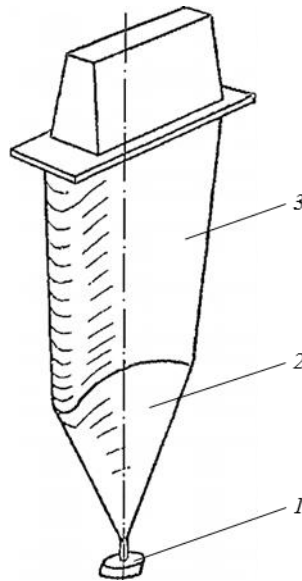


Рис. 1. Общий вид отливки монокристаллической лопатки:
1 – затравка; 2 – конус-кристалловод; 3 – турбинная лопатка

Монокристаллические отливки из жаропрочных сплавов в условиях дендритного роста не обладают совершенной кристаллической структурой и относятся к категории несовершенных – их структура может быть фрагментирована, содержать макроблоки и посторонние кристаллы. Поэтому при производстве монокристаллических литых лопаток процедуре контроля качества структуры подвергается большое количество однотипных образцов: 100% – затравок, а затем 100% ростовых конусов отливок лопаток ЖНС. При оценке качества структуры монокристаллической отливки ЖНС важно определить угол отклонения заданного кристаллографического направления от продольной оси, вдоль которой будут действовать главные растягивающие напряжения, а

также степень фрагментированности структуры, которая, в свою очередь, характеризуется наибольшей величиной угла разориентации. Предельно допустимые значения угла отклонения заданного кристаллографического направления от продольной оси отливки регламентируются конструктором.

Для проведения контроля ростовой структуры отрезанные затравки и ростовые конусы очищают пескоструйной обработкой и подвергают глубокому травлению для удаления деформированного при резке слоя и выявления дендритной структуры на боковой и торцевой поверхностях. После визуального и металлографического контроля поверхности монокристаллических отливок для оценки аксиальной структуры используют методы рентгеновской дифрактометрии.

Для контроля кристаллографической ориентации (КГО) монокристаллических отливок ЖНС широко применяются неразрушающие методы рентгеновской дифрактометрии.

Для исследований по методу Лауэ с использованием острофокусной трубки получают дифракционную картину при освещении неподвижного монокристалла полихроматическим первичным пучком в точке. При этом возникающее дифрагированное излучение регистрируют двухмерным позиционно-чувствительным детектором – рентгенографической пластиной с фотостимулируемым люминофором. После чего полученные дифракционные картины переводят в цифровой формат на сканере высокого разрешения для визуализации и расчетов КГО [10–13].

Другой метод, применяемый для оценки качества кристаллической структуры монокристаллических отливок ЖНС, – метод «качания». Регистрация дифракционных спектров проводится в характеристическом излучении при непрерывном вращении образца. Для исследований по этому методу традиционно используются дифрактометры, оснащенные точечными сцинтилляционными детекторами [14, 15].

Однако в последнее время, наряду с точечными детекторами, стали применяться координатные или позиционно-чувствительные детекторы (ПЧД) с большим углом одновременной регистрации спектра. Это линейные ПЧД (газонаполненные или полупроводниковые) с углом регистрации 5–10 градусов, а также изогнутые газонаполненные ПЧД с углом одновременной регистрации рентгеновских импульсов до 40–50 градусов. Особенностью конструкции ПЧД является возможность определения координаты (позиции) регистрируемых квантов в режиме реального времени, а в случае применения изогнутых ПЧД позволяет во многих случаях отказаться от пошагового сканирования углового диапазона для регистрации дифракционной картины, что значительно упрощает как конструкцию дифрактометра, так и решение определенных задач рентгенодифракционного анализа [16, 17].

Цель данного исследования – подобрать режим съемки монокристалла ЖНС на дифрактометре с изогнутым газонаполненным ПЧД, при котором получаемые дифракционные картины – кривые «качания» – идентичны полученным при съемке на дифрактометре с точечным сцинтилляционным детектором, а также показать возможность использования дифрактометров, оснащенных изогнутым газонаполненным ПЧД для контроля качества структуры монокристаллов ЖНС.

Материалы и методы

В качестве объекта исследования выбраны монокристаллические образцы ЖНС, полученные методом направленной кристаллизации с использованием затравочной технологии литья. Контроль структуры всей отливки производится на конусокристалловоде, передающем монокристаллическую структуру затравки непосредственно отливке образца, отрезанном перпендикулярно продольной оси Z.

Исследуемая поверхность реза предварительно протравлена для выявления дендритного строения в смеси концентрированной соляной кислоты и перекиси водорода [18] до удаления наклепанного при отрезании слоя и выявления микроструктуры. На рис. 2 приведены микроструктуры протравленных поверхностей, выращенных в кристаллографическом направлении [111] или [001], с отмеченными системами осей, расположенных под углом 120 и 90 градусов соответственно.

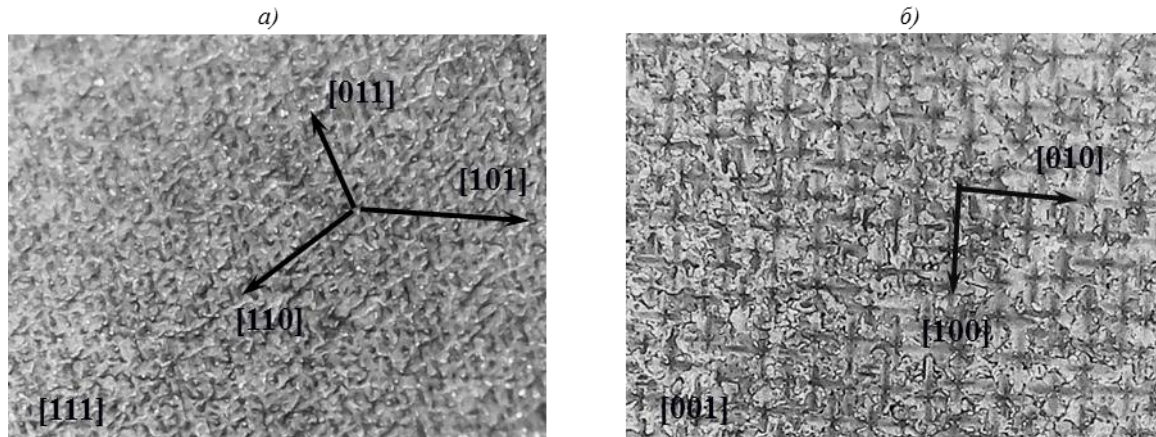


Рис. 2. Поверхность образца жаропрочного никелевого сплава с заданным кристаллографическим направлением структуры [111] или [001] (нормаль к плоскости рисунка), протравленная для выявления микроструктуры ($\times 40$)

Анализ структуры образца ЖНС методом рентгеновской дифрактометрии выполнен на настольном дифрактометре Дифрей-401 с изогнутым ПЧД (диапазон одно-временной регистрации углов дифракции 43 градуса) и острофокусной трубкой БСВ-33 (напряжение на трубке 25 кВ, ток 5 мА, $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучение) с расходимостью пучка не более 0,02 градуса. Дифрактометр оснащен автоматизированным устройством перемещения источника рентгеновского излучения, позволяющим изменять его положение от 0 до 60 градусов с минимальным шагом от 0,002 градуса. Кривые «качания» получены в режиме ω -сканирования с использованием щели коллиматора шириной 0,4 мм. Варьируемыми параметрами являлись экспозиция (продолжительность съемки в точке) – от 10 до 40 с, шаг перемещения рентгеновского источника – от 0,5 до 1 градуса, общее время съемки и наличие или отсутствие вращения образца в азимутальной плоскости со скоростью 1 об/20 с.

Результаты и обсуждение

Получение кривой «качания» с протравленной поверхности монокристаллических отливок на дифрактометре с изогнутым ПЧД имеет отличия от классической схемы (рис. 3, а), в которой образец «качается» в плоскости дифракции около точного брэгговского направления. В этом случае имеется один параметр отклонения от точного условия Брэгга – отклонение волны от условия Брэгга в плоскости дифракции. На дифрактометре с изогнутым ПЧД для анализа КГО используются так называемые ω -сканы. Получение ω -сканов (здесь и далее в тексте – кривых «качания») производится при неподвижно установленном образце и детекторе, который установлен в положение 47,5 градусов – для анализа КГО (111), в положение 25 градусов – для анализа КГО (200) или в положение 55 градусов – для анализа КГО (400). Поскольку изогнутый ПЧД имеет широкий интервал регистрации рентгеновских импульсов (43 градуса), положение установки детектора может быть достаточно «вольным», главным условием получения неискаженной дифракционной картины является совпадение регистрируемого диапазона с центральной частью окна детектора. Вокруг главной оси гониометра ω

поворачивается источник рентгеновского излучения в интервале углов приблизительно 10–15 градусов (рис. 3, б). Регистрация дифракционных спектров производится при непрерывном и медленном вращении (1 об/20 с) образца вокруг нормали к его поверхности. Для нахождения оптимального режима анализа изменяли экспозицию сканирования в точке (время экспозиции пропорционально интенсивности дифракционных максимумов и количеству зарегистрированных импульсов) и шаг сканирования по оси ω . Результаты эксперимента приведены в таблице и на рис. 4 и 5.

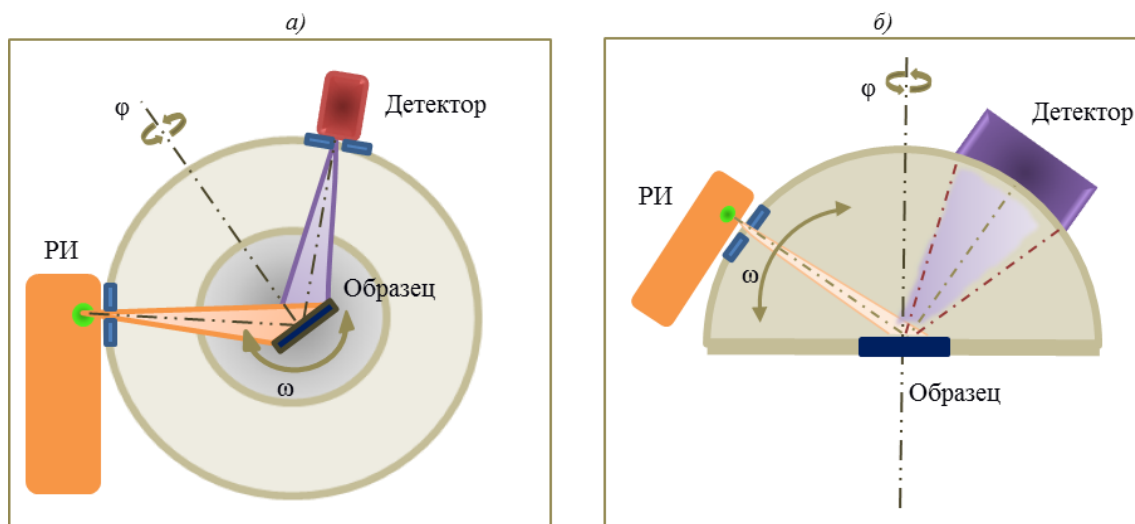


Рис. 3. Рентгенооптическая схема дифрактометра (РИ – источник рентгеновского излучения) для получения кривой «качания»:

а – с точечным сцинтилляционным детектором; б – с изогнутым позиционно-чувствительным детектором

Данные расчета отклонения кристаллографического направления от геометрической оси образца, полученные при разных условиях эксперимента

Образец	Плоскость	Продолжительность съемки, мин	Экспозиция в точке, с	Вращение	Шаг сканирования, градус	Параметр КГО, градус
Ростовой конус [111]	(222)	20	40	+	1	2,4
		13	20	+	0,5	0,76
		6	20	+	1	1,05
		6	20	–	1	1,59
		4	10	–	0,5	0,96
		3*	Непрерывная	Быстрое	0,24	1,44
Ростовой конус К-103 [001]	(002)	20	40	+	0,5	1,2
		20	20	+	0,25	0,68
		6	20	–	0,5	0,81
		5	10	–	0,5	0,96
		4	20	+	1	0,91
	(004)	6	20	–	0,5	1,05
		6	20	+	0,5	0,55
		3*	Непрерывная	Быстрое	0,24	1,29

* Данные получены на дифрактометре с точечным сцинтилляционным детектором в $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучении; ω -сканирование осуществляли при неподвижном детекторе в положении $\theta_{(hkl)}$ в течение 3 мин и с быстрым вращением образца со скоростью 1 об/с.

На дифрактометрах с точечными сцинтилляционными детекторами кривые «качания» регистрируются при неподвижном источнике рентгеновского излучения и детекторе, также неподвижно установленном в положение $\omega=2\theta_{(hkl)}=\text{const}$. В зависимости от выбранного кристаллографического направления в ЖНС, детектор устанавливают на угол $2\theta_{(hkl)}$, равный $2\theta_{(222)}=96,2$ градуса или $2\theta_{(004)}=118,3$ градуса, для направлений $[111]$ и $[001]$ соответственно. Для получения узкого направленного пучка рентгеновских лучей перед окном рентгеновской трубки и перед детектором устанавливают вертикальные щели (2 мм). Регистрация дифракционных картин производится при непрерывном и быстром (1 об/1 с) вращении образца вокруг оптической оси гониометра (нормали к поверхности образца) φ и непрерывном ω -сканировании в интервале 40 градусов ($\omega=\theta\pm 20$ градусов) (рис. 4, а). Быстрое вращение образца позволяет вывести в отражающее положение все имеющиеся максимумы дифракции структурных блоков. Шаг регистрации импульсов по оси ω синхронизирован с числом оборотов по оси φ : 1 оборот на каждый шаг.

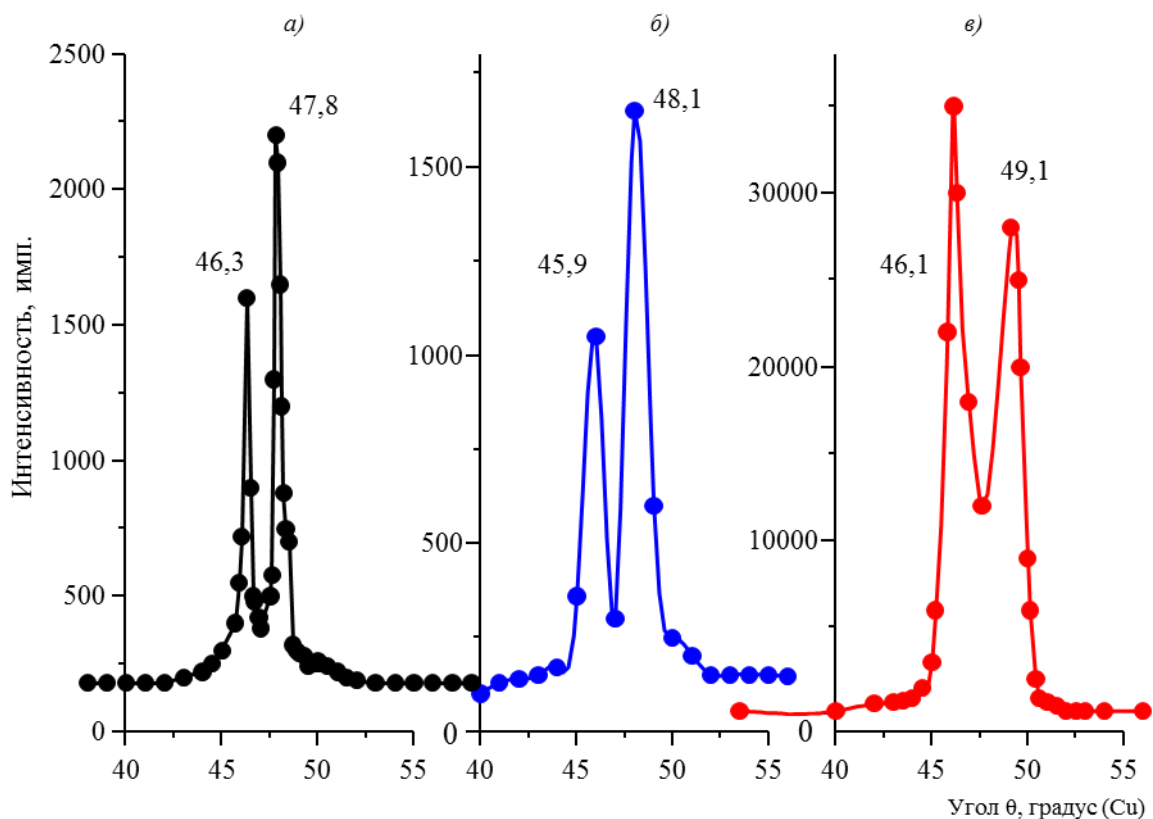


Рис. 4. Кривые «качания» образца затравочного конуса жаропрочного никелевого сплава с плоскости $[111]$, полученные на дифрактометре с изогнутым позиционно-чувствительным детектором (а, б) и дифрактометре с точечным сцинтилляционным детектором (в) с шагом сканирования 0,5 (а) и 1 градус (б) и временем сканирования 13 (а), 6 (б) и 3 мин (в)

Кривая «качания», полученная на двух конфигурациях, представляет собой набор дифракционных максимумов, симметричных относительно положения $\theta_{(hkl)}$ (рис. 4 и 5). Угол отклонения от КГО определяется как половина углового расстояния между симметричными дифракционными максимумами.

Приведенные на рис. 4 и 5 кривые «качания» ростовых конусов ЖНС с направленной структурой $[111]$ или $[001]$, полученные на двух конфигурациях, схожи внешне,

но сильно отличаются по интенсивности. Кроме того, интенсивность (002) значительно выше интенсивности (004), приведенные на рис. 5, *а*, *б* кривые это хорошо демонстрируют: интенсивность кривой «качания» от рефлекса (002) соответствует 1500 импульсам, а от рефлекса (004): 500 импульсам. Для получения качественной кривой «качания» с высокой интенсивностью от плоскости (004) нужно увеличить либо время экспозиции, либо соотношение ток/напряжение на источнике рентгеновского излучения, либо считать по более интенсивному отражению плоскости (002), поскольку полученные значения отклонения от КГО от отражений разных порядков (см. таблицу) близкие.

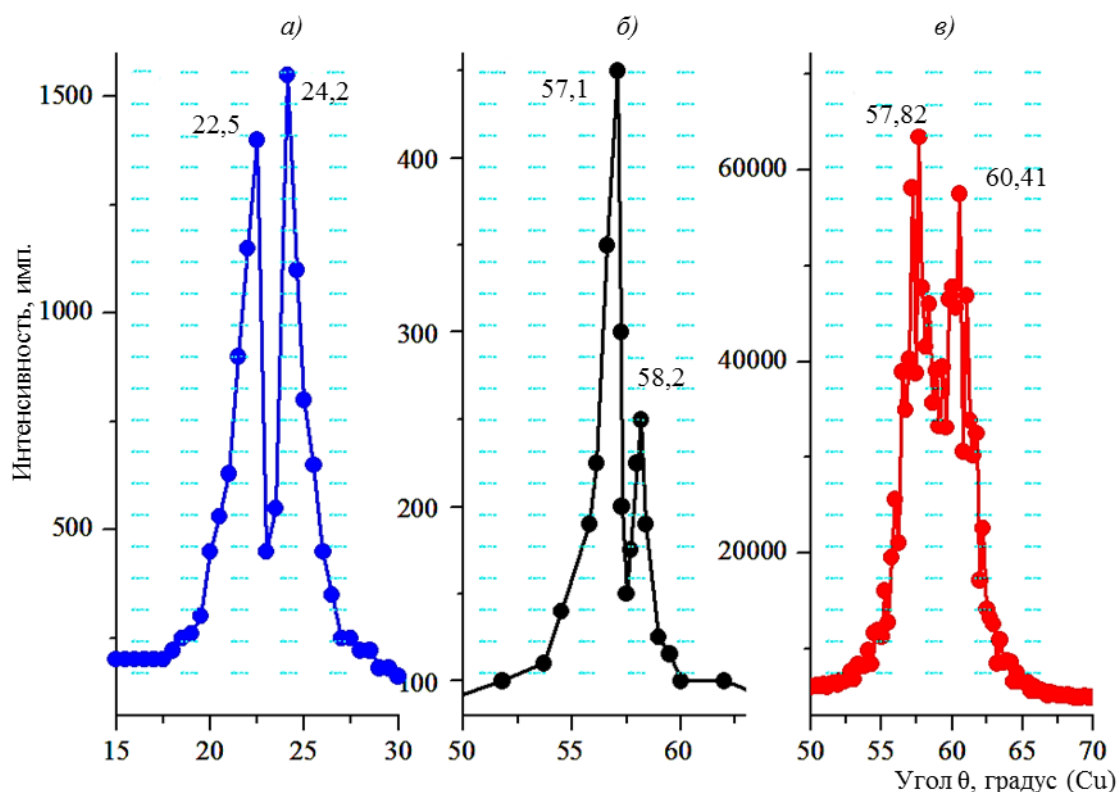


Рис. 5. Кривые «качания» образца затравочного конуса жаропрочного никелевого сплава с плоскости [001], полученные на дифрактометре с изогнутым позиционно-чувствительным детектором (*а*, *б*) и дифрактометре с точечным сцинтилляционным детектором (*в*) с шагом сканирования 0,5 градуса (*а*, *б*), рефлексом отражения (002) (*а*) и (004) (*б*) при времени сканирования 6 (*а*, *б*) и 3 мин (*в*)

В таблице приведены данные расчета отклонения кристаллографического направления от геометрической оси образца в зависимости от выбора условий съемки для двух ростовых конусов. Рентгенодифракционный анализ показал, что оба образца конусов являются монокристаллическими, посторонние кристаллы отсутствуют (рис. 4 и 5). Из данных таблицы видно, что результат в большей части зависит от скорости и шага сканирования и в меньшей – от скорости вращения образца. Кроме того, на значение параметра КГО может влиять способ установки образца, поскольку размер фокусного пятна охватывает область 1,0×4,2 мм на образце.

Выполненные 12 измерений кривых «качания» проводили с переустановкой образца. Быстрый анализ кривой «качания» (4–5 мин) возможен с поверхности неподвижного образца (без вращения), анализируемая поверхность которого предварительно «выведена» в положение максимального отражения дифракционного пика. Но таким

образом возрастает количество проводимых операций до двух. Наиболее оптимальными являются условия съемки образцов с шагом сканирования 0,5 градуса и экспозицией в точке 20 с, соответствующей полному обороту в плоскости, перпендикулярной нормали к поверхности. Поскольку дифрактометр Дифрей-401 является настольным прибором с маломощным источником рентгеновского излучения, это накладывает определенные ограничения на получение кривых «качания», полностью идентичных кривым, полученным на классических дифрактометрах. Так, минимальное время съемки на дифрактометре Дифрей-401, достаточное для получения качественной кривой «качания», составляет 4–6 мин, что в 1,5–2 раза больше, чем на дифрактометре высокого разрешения с точечным сцинтилляционным детектором.

Точность измерений при определении отклонения от КГО на любом из дифрактометров ограничена точностью реза отливки, обычно не превышающей 1 градуса.

Заключения

Результаты измерений, полученные на дифрактометре с изогнутым ПЧД, сопоставимы с результатами, полученными на дифрактометре с точечным сцинтилляционным детектором. Таким образом, на основании проведенного исследования возможно применение дифрактометра Дифрей-401 с изогнутым ПЧД для контроля качества структуры монокристаллов ЖНС.

ЛИТЕРАТУРА

1. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 72–103. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103.
2. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Мин П.Г. Металлургические основы обеспечения высокого качества монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 55–71. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-55-71.
3. Толорайя В.Н., Каблов Е.Н., Демонис И.М. Технология получения монокристаллических отливок турбинных лопаток ГТД заданной кристаллографической ориентации из ренийсодержащих жаропрочных сплавов // *Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина*. М.: Наука, 2006. С. 206–219.
4. 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.
5. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Исследование влияния переменного управляемого температурного градиента на особенности структуры, фазовый состав, свойства высокотемпературных жаропрочных сплавов при их направленной кристаллизации // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение*. 2016. №6 (111). С. 43–61.
6. Толорайя В.Н., Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Орехов Н.Г., Голубовский Е.Р. Анизотропия прочностных характеристик в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов // *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2005. Спецвыпуск. С. 225–236.
7. Толорайя В.Н., Каблов Е.Н., Орехов Н.Г., Остроухова Г.А. Структура и ростовые дефекты монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов // *Горный информационно-аналитический бюллетень*. 2005. Спецвыпуск. С. 190–202.
8. Назаркин Р.М., Колодочкина В.Г., Оспенникова О.Г., Орлов М.Р. Изменения микроструктуры монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов в процессе длительной эксплуатации турбинных лопаток // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. №4 (45). С. 9–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-4-9-17.

9. Назаркин Р.М. Рентгенодифракционные методики прецизионного определения параметров кристаллических решеток никелевых жаропрочных сплавов (краткий обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 41–48. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-41-48.
10. Сидохин Е.Ф., Сидохин Ф.А., Хаютин С.Г. О субструктуре монокристаллических лопаток ГТД // Авиационная промышленность. 2009. №1. С. 34–36.
11. Сидохин Ф.А., Сидохин А.Ф., Сидохин Е.Ф. Об определении кристаллографической ориентации монокристаллов методом Лауэ // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. №1. С. 35–37.
12. Потрахов Н.Н., Хаютин С.Г., Лифшиц В.А., Осес Р. Установка ПРДУ-КРОС для экспрессного определения кристаллографической ориентации кубических монокристаллов по обратным лауэграммам // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. №8. С. 27–30.
13. Кузьмина Н.А., Лифшиц В.А., Потрахов Е.Н., Потрахов Н.Н. Сравнительный контроль структуры монокристаллических отливок никелевых жаропрочных сплавов рентгеновскими дифракционными методами «качания» и Лауэ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №9 (81). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-9-15-25.
14. Лисойван В.И., Заднепровский Г.М. К методике определения ориентации кристаллографической плоскости в монокристалле на дифрактометре // Аппаратура и методы рентгеновского анализа. 1969. Вып. 4. С. 64–70.
15. Хейкер Д.М. Рентгеновская дифрактометрия монокристаллов. Л.: Машиностроение, 1973. 256 с.
16. Пьянкова Л.А., Елохин В.А., Архипов С.Н. и др. Контроль функциональных слоев ВТСП-2 с помощью текстурной приставки рентгеновского дифрактометра «Дифрей-401» // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. №82 (10). С. 44–46.
17. Гоганов Д.А., Казанский Б.В., Клименская Д.А. и др. Позиционно-чувствительные детекторы мягкого рентгеновского излучения и их применение // Приборы и техника эксперимента. 2015. №1. С. 109–116.
18. Макро- и микроструктура никелевых жаропрочных сплавов, предназначенных для монокристалльного литья лопаток [Электронный ресурс]. URL: https://studme.org/151298/tehnika/makro_mikrostruktura_nikelevyh_zharoprochnyh_splavov_prednaznachennyh_monokristalnogo_litya_lopatok (дата обращения: 14.10.2019).