

ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАДИЕНТА ТЕМПЕРАТУРЫ НА ФРОНТЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ Ni-W-СПЛАВОВ

С.С. Гранкин, В.Я. Свердлов

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт",
г. Харьков, Украина; E-mail: sverdlov@kipt.kharkov.ua

Разработана методика измерения градиента температуры на фронте кристаллизации при направленной кристаллизации сплава НВ-4 в установке с кристаллизатором, в котором в качестве жидкометаллического легкоплавкого теплоносителя используется галлий. Микротермопара устанавливалась в керамической форме, размещенной в графитовой опоке. Исследовано влияние градиента температуры на морфологию и структурное совершенство монокристаллов Ni-W-сплавов с ячеистой структурой.

ВВЕДЕНИЕ

Основными параметрами роста кристаллов являются градиент температуры на фронте кристаллизации G_T , скорость кристаллизации R и концентрация легирующих элементов C в расплаве [1]. Актуальность исследований процессов роста монокристаллов Ni-W-сплавов обусловлена в первую очередь тем, что монокристаллы сплава НВ-4 номинального состава Ni-32...36 мас.%W используются в качестве затравок при литье монокристаллических лопаток газотурбинных двигателей (ГТД). Градиент температуры на фронте кристаллизации и скорость направленной кристаллизации относятся к внешним факторам и определяют физическую кинетику на фронте роста. Концентрацию легирующих элементов и примесей можно отнести к внутренним факторам роста. Этот фактор оказывает очень сильное влияние на рост кристалла, поскольку он определяет взаимодействие между атомами и химическую кинетику. Однако в общей иерархии факторов роста градиент температуры находится на первом месте. Это связано с тем, что именно градиент температуры является следствием открытости системы и процессов отвода энергии с фронта кристаллизации. Кроме этого, проведенные нами ранее исследования показали, что оптимальное легирование [2] при выращивании монокристаллов Ni-W-сплавов приводит к заострению макроскопического фронта роста [3], что способствует росту градиента температуры на вершине фронта кристаллизации. Т. е. оптимальная концентрация легирующих элементов является подчиненным фактором по отношению к градиенту температуры на фронте кристаллизации.

Отношение величины G_T/R определяет тип структуры формирующегося монокристалла, а произведение $G_T R$, которое имеет размерность скорости охлаждения ($^{\circ}\text{C}/\text{мин}$), определяет дисперсность структурных составляющих сплава. Главная структурная характеристика монокристаллов жаропрочных сплавов – расстояние между дендритными осями первого порядка (λ , мкм) связана со скоростью охлаждения расплава на фронте кристаллизации известным соотношением:

$$\lambda = a \cdot (G_T \cdot R)^{-n}. \quad (1)$$

Коэффициент a в этом выражении пропорционален интервалу кристаллизации: $a \sim \Delta T$, а показатель степени n может принимать значения в диапазоне 0,25...0,5. Исходя из этого соотношения можно увеличить скорость охлаждения и, следовательно, уменьшить размер структурных составляющих также за счет повышения температурного градиента на фронте кристаллизации [4]. Использование методики направленной кристаллизации с повышенным градиентом температуры на фронте кристаллизации позволяет повысить длительную жаропрочность никелевых сплавов в 1,5...2 раза по сравнению с серийной технологией [5].

Количество работ, посвященных исследованиям влияния градиента температуры на рост кристаллов и непосредственным измерениям величины G_T , в литературе явно недостаточно. Это связано в первую очередь с методическими сложностями проведения таких измерений. С другой стороны, градиент температуры на фронте кристаллизации G_T является паспортной характеристикой ростовой установки, и его величина трудно поддается варьированию.

Целью данной работы является исследование градиента температуры на фронте кристаллизации в процессе роста монокристаллов Ni-W-сплавов на установке для высокоградиентной направленной кристаллизации с галлиевым жидкометаллическим теплоносителем. При этом изучали взаимосвязь G_T с морфологией выращиваемых монокристаллов Ni-W-сплавов и степенью их структурного совершенства.

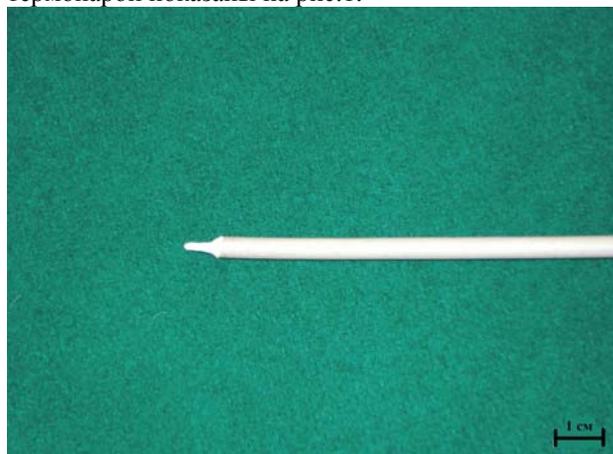
МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Материалы и методики выращивания, исследования структуры и свойств монокристаллов Ni-W-сплавов описаны в [6].

Для измерения температуры расплава и определения градиента температуры на фронте кристаллизации была изготовлена WRe₅-WRe₂₀-микротермопара, которая "вживлялась" в один из каналов керамической формы. Спай термопары специальным образом покрывался порошком окиси алюминия со связующим раствором "Ludox", что

обеспечивало получение тонкого диэлектрического защитного слоя, исключаяющего взаимодействие его с расплавом, и при этом не сказываясь на инерционности самой термопары. Вся остальная часть термопары помещалась в алундовую "соломку". Общий диаметр такой термопары находится в пределах 1...1,3 мм

Внешний вид термопары в алундовой оболочке и керамическая форма с "вживленной" в нее термопарой показаны на рис.1.



а



б

Рис.1. Керамическая форма для выращивания монокристаллов Ni-W-сплавов: а - внешний вид термопары в оболочке из Al_2O_3 ; б - вид керамической формы с "вживленной" в нее термопарой со стороны заливочной чаши

В процессе роста монокристаллов Ni-W-сплавов с помощью милливольтметра регистрировалась электродвижущая сила термопары. По снятым численным данным были построены термограммы, которые использовали для получения расчетных данных значений G_T по методике, описанной в [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Градиенты температур в жидкости G_L и твердом теле G_S рассчитывали по формуле:

$$G = \frac{\Delta T}{\Delta t \cdot R}, \quad (2)$$

где $\Delta T/\Delta t \cdot R$ – тангенс угла наклона линейного участка термограммы вблизи точки перегиба жидкость - твердое тело, град/см; ΔT - интервал температуры; Δt - интервал времени; R - скорость перемещения фронта роста.

На рис.2 приведены некоторые термограммы снятые в процессе роста монокристаллов Ni-W-сплава, а в табл. 1 – рассчитанные по этим термограммам значения градиентов температуры G_L и G_S , параметра кристаллизации G_L/R и скорости остывания образца $S = G_S \cdot R$.

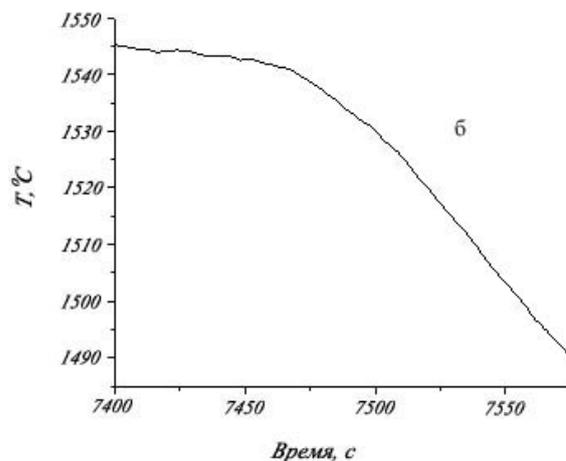
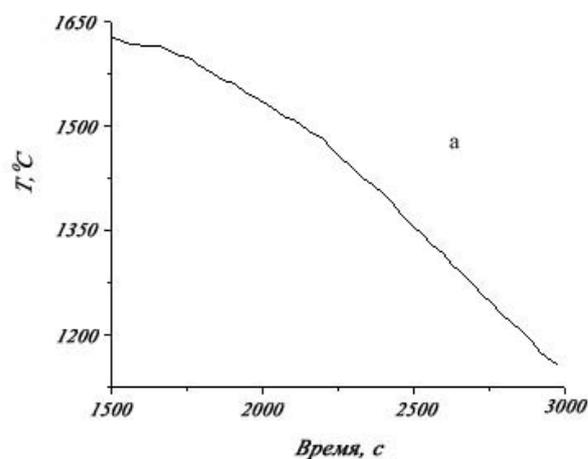


Рис.2. Термограммы для разных участков монокристалла: а - нижняя часть монокристалла; б - верхняя часть монокристалла

Таблица 1

R, мм/мин	G_L , град/см	G_S , град/см	G_L/R , град·ч/см ²	S, град/с
4	54	62	2,25	0,41
4	59	82	2,46	0,55

Следует уточнить, что все результаты при исследовании градиента температуры были получены с помощью термопар, установленных внутри керамических форм. На самом деле градиенты температуры на поверхности формы гораздо больше и отличаются приблизительно в два раза. Эта разница в значениях связана с низкой теплопроводностью керамики формы и зависит как

от толщины, так и от особенностей конструкции керамической формы. При выращивании монокристаллов Ni-W-сплавов керамическая форма с расплавом находилась внутри графитовой опоки без наполнителя [8]. Общепринято, что опорный наполнитель и опока, выполненная из графита, который имеет высокий коэффициент теплопроводности, сглаживают распределение температуры в форме с металлом и тем самым препятствуют созданию высокого градиента температуры [9]. Если придерживаться этой точки зрения, величина градиента температуры в установке может быть выше, чем в кристаллизуемом расплаве в несколько раз.

Состав сплава НВ-4 Ni-33,2%W соответствует области восходящего ликвидуса вблизи точки конгруэнтного плавления на диаграмме состояния системы Ni-W. Судя по составу исходного сплава (табл.2) кристаллизация расплава происходит в заметном интервале температур. Вследствие этого в процессе получения монокристаллов создаются условия для нарушения стабильности плоского фронта кристаллизации и формирования ячеистой структуры.

Таблица 2

Состав исходного сплава НВ-4 (По ТУ 1-92-112-87)

Ni	W, мас. %	Примеси, мас.% (не более)			
		Fe	Si	S	P
Основа	32-36	1,0	0,4	0,015	0,015

Изменение морфологии микроструктуры монокристаллов сплава НВ-4, направленно закристаллизованных с постоянной скоростью $R = 4$ мм/мин, по высоте стержня показано на рис.3.

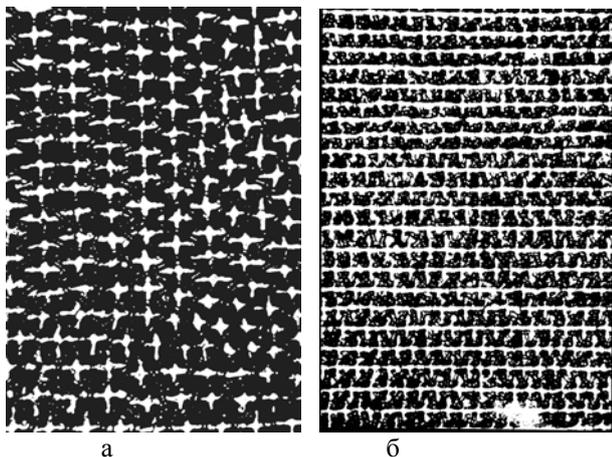


Рис.3. Микроструктура поперечного сечения направленно закристаллизованного Ni-W-сплава, скорость направленной кристаллизации $R=4$ мм/мин. Разные участки по высоте монокристалла: а - нижняя часть монокристалла, б - верхняя часть монокристалла; X20

Анализируя структурное совершенство монокристаллов Ni-W-сплавов, выращенных на установке с повышенным градиентом температуры, следует сразу отметить, что условия кристаллизации (G, R) обеспечивают высокую скорость отвода тепла

с фронта кристаллизации S и создают условия для формирования высокодисперсной, с высокой степенью структурного совершенства, ячеистой структуры.

Это отчетливо проявляется при сравнении структур монокристаллов НВ-4, выращенных при различных значениях градиента температуры на фронте кристаллизации. На рис.4 показаны микрофотографии поперечных шлифов монокристалла НВ-4, выращенных на серийной установке УВНК-8 ($G_T=6$ °C/мм) и экспериментальной установке с галлиевым теплоносителем ($G_T = 20$ °C/мм). В первом случае структура имеет дендритную морфологию, см. рис.4,а. Высокий градиент температуры обеспечивает формирование более совершенной ячеистой структуры (см. рис.4,б).

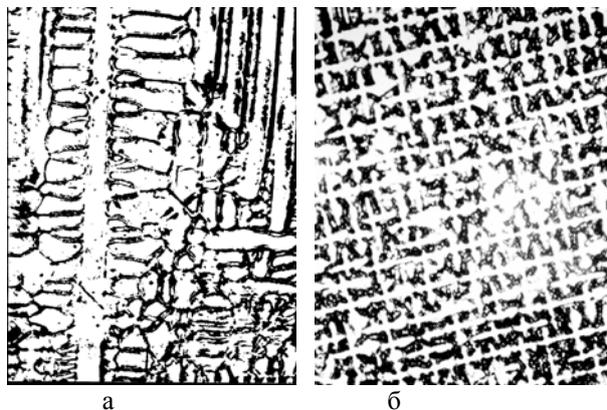


Рис.4. Микрофотографии поперечных шлифов монокристаллов НВ-4; $R=10$ мм/мин: а - $G_T = 6$ °C/мм, б - $G_T = 20$ °C/мм; X20

Измерения параметра ячейки λ по высоте h монокристалла обнаружили обратную линейную зависимость этих величин (рис.5). Поскольку λ зависит от скорости охлаждения S , то изменение λ по высоте монокристалла при постоянной скорости направленной кристаллизации R можно объяснить увеличением градиента температуры на фронте кристаллизации G . Структурное совершенство монокристаллов в нижней части несколько ниже по сравнению с верхней частью. Это говорит о том, что в верхней части монокристалла происходит более точная оптимизация параметров роста монокристаллов.

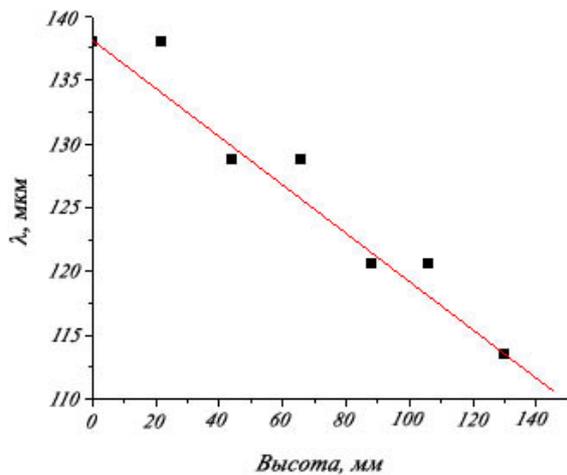


Рис.5. Зависимость параметра ячейки λ от высоты монокристалла. Сплав Ni-33,2 %W

ВЫВОДЫ

1. Отработана методика измерения градиента температуры на фронте кристаллизации монокристаллов Ni-W-сплавов в кристаллизационной установке с повышенным градиентом температуры.

2. Измерены градиенты температуры на фронте кристаллизации в жидкой и твердой областях роста монокристалла. При этом измерения проводились на разных участках по высоте монокристалла.

3. Экспериментально показано влияние градиента температуры на морфологию и структурное совершенство монокристаллов Ni-W-сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р.Е.Шалин, И.Л.Светлов, Е.Б.Качанов и др. *Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов*. М.: "Машиностроение", 1997, 332 с.
2. И.К.Засимчук. Физические условия достижения оптимальной структуры монокристаллов разбавленных металлических сплавов,

выращиваемых из расплава // *Металлофизики и новейшие технологии*. 2001, т.23, №3, с.293-323.

3. В.М.Ажажа, В.Я.Свердлов, А.А.Кондратов, А.В.Богуслаев, В.В.Клочихин. Влияние условий кристаллизации на макроскопический фронт кристаллизации и структурное совершенство монокристаллов Ni-сплавов // *Вісник Харківського національного університету* (35). 2007, №781, в.3, с.73-80.
4. Ю.А.Бондаренко, Е.Н.Каблов. Направленная кристаллизация жаропрочных сплавов с повышенным температурным градиентом // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2002, №7, с.20-23.
5. В.М.Ажажа, В.Я.Свердлов, А.Н.Ладыгин и др. Роль теплофизических условий в процессе формирования структуры при направленной кристаллизации жаропрочных сплавов на никелевой основе // *Вопросы атомной науки и техники. Серия "Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники"* (14). 2004, №6, с.128-135.
6. В.М.Ажажа, Г.П.Ковтун, В.Я.Свердлов и др. Микроструктура и свойства монокристаллов никелевого сплава НВ-4. 1. Влияние условий кристаллизации на структуру и свойства // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2002, т.24, №11, с.1525-1536.
7. В.М.Ажажа, А.П.Бердник, А.П.Свинаренко, А.И.Сомов. Направленная кристаллизация и микроструктура эвтектического сплава Fe-Fe₂Nb // *Физика металлов и металловедение*. 1974, т.38, в.4, с.766-772.
8. Декларацийний патент України 49616А, 7В22D27/04. №2002010135, Спосіб отримання монокристалічних відливок та пристрій для його здійснення // В.М.Ажажа, В.Я.Свердлов, Г.П.Ковтун, Д.Г.Малихін та ін. // 2002, *Бюл.№9, 4с*.
9. В.П.Монастырский, Е.В.Монастырская, А.Е.Зуев. Теплофизические особенности направленной кристаллизации с применением опорного наполнителя // *Физика и химия обработки материалов*. 2004, №5, с.79-87.

ДОСЛІДЖЕННЯ ГРАДІЄНТУ ТЕМПЕРАТУРИ НА ФРОНТІ КРИСТАЛІЗАЦІЇ МОНОКРИСТАЛІВ Ni-W-СПЛАВІВ

С.С. Гранкін, В.Я. Свердлов

Розроблена методика вимірювання градієнту температури на фронті кристалізації при спрямованій кристалізації сплаву НВ-4 в установці з кристалізатором, в якому в якості рідинно-металевого легкоплавкого теплоносія використовується галій. Мікротермопара встановлювалася в керамічній формі, розміщеній в графітовій опці. Досліджено вплив градієнту температури на морфологію і структурну досконалість монокристалів Ni-W-сплавів з комірчатою структурою.

RESEARCHES OF GRADIENT OF TEMPERATURE AT THE FRONT OF CRYSTALLIZATION OF SINGLE CRYSTALS OF THE Ni-W-ALLOYS

S.S. Grankin, V.Ya. Sverdlov

Methodology of measuring temperature gradient at the front of solidification under direct crystallization of NV-4 alloy in the equipment with a solidificator, in which gallium is used as a liquid metal fusible thermal carrier has been worked out. These measurements were carried out in a ceramic form, installed in crucible blacklead. The influence of temperature gradient on morphology and structural perfection of single crystals of Ni-W-alloys with a cellular structure has been investigated.