

В. В. Ключихин, П. Д. Жеманюк, Э. И. Цивирко\*, В. В. Наумик\*

АО «Мотор Сич», Запорожье

\*Запорожский национальный технический университет, Запорожье

## Влияние температурного градиента на фронт кристаллизации и структуру жаропрочных никелевых сплавов ЖС32-ВИ и НВ-4\*\*

*Изучено влияние величины температурного градиента на фронт кристаллизации и структуру никелевых сплавов. Установлено, что повышенные скорости кристаллизации обеспечивают формирование плоского фронта кристаллизации. Это позволяет снизить вероятность образования структурных дефектов и повысить трещиностойчивость и другие свойства отливок. Подтверждено, что скорость направленной кристаллизации сплава ЖС32-ВИ должна быть не меньше 10 мм/мин.*

**Ключевые слова:** температурный градиент, фронт кристаллизации, направленная кристаллизация, структура, монокристалл, параметр ячейки, структурный дефект, механические испытания

**С**остояние вопроса. Первичная кристаллизация для отливок является важнейшим фактором, определяющим их механические и специальные свойства. Она представляет собой чрезвычайно сложный процесс и влияет на структуру первичного зерна, форму и разветвленность дендритов, движение горячего потока жидкого металла через сетку кристаллов, определяет влияние кристаллографической ориентации на разветвленность и расстояние между ветвями дендритов, степень гомогенности сплава и огрубление его структуры, микросегрегацию и интенсивность ее развития между ветвями первого, второго и третьего порядка, плотность отливки, массоперенос жидкой и ликвирующих фаз, зональную ликвацию и механические свойства сплавов [1].

Среди многочисленных методов внешнего воздействия на жидкий и кристаллизующийся металл [2, 3] все большее развитие получают теплофизические методы, позволяющие активно разрабатывать и применять технологию целенаправленного управления структуры первичных кристаллов.

Направление роста и разветвленность кристаллов зависит от условий теплоотвода, содержания примесей и формы границ раздела кристалл-жидкость. При отводе теплоты кристаллизации через кристалл перед границей затвердевания имеется значительное переохлаждение  $\Delta T$ , и кристалл приобретает столбчатую форму с ветвями первого, второго и третьего порядка. Направление главной оси дендрита совпадает с отдельными кристаллическими направлениями решетки.

**Материалы и методика исследований.** В условиях высокоскоростной направленной кристаллизации изучали влияние температурного градиента на фронте кристаллизации на структуру жаропрочных никелевых сплавов ЖС32-ВИ и НВ-4 (используемого в качестве затравок) [4].

Литые образцы цилиндрической формы диаметром 9 и длиной ~150 мм из сплавов НВ-4 (основа – Ni, 32 % W; примеси – не более 1,0 % Fe, 0,42 % Si,

0,015 % S, 0,015 % P) и ЖС32-ВИ в электрокорундовых формах, которые перемещали в температурном поле нагревателя из горячей зоны в кристаллизатор (сплав галлия с 25 % индия). Скорость кристаллизации изменялась ступенчато от 0,4 до 20 мм/мин, а градиент температуры составлял  $G \approx 20$  °/мм.

**Основной материал исследований.** Изучение микроструктуры поперечных шлифов монокристаллов из сплава НВ-4 показало, что критическая скорость, то есть скорость, при которой происходит потеря устойчивости плоского фронта, находится ниже значения  $R = 0,4$  мм/мин (минимальной скорости в данном исследовании) (рис. 1) [5-9]. Этот результат не согласуется с данными проведенных ранее работ [8, 9]. В работе [8] при направленной кристаллизации сплава с 35 % W плоский фронт сохранялся вплоть до максимальной скорости 7,5 мм/мин ( $G = 15$  °/мин). В первом приближении это расхождение можно объяснить более низким содержанием вольфрама (32 %) в данном исследовании, что может привести к потере устойчивости плоского фронта кристаллизации [5-9].

На микроструктурах (рис. 1) наглядно видна последовательность структур, возникающих при потере устойчивости плоским фронтом роста. Эта последовательность хорошо согласуется с известными данными [10]. В начале нарушения устойчивости плоского фронта роста появляются отдельные ямки и линейчатые углубления, формируются вытянутые ячейки (рис. 1, а:  $R = 0,4$  мм/мин), затем по мере увеличения скорости направленной кристаллизации фронт приобретает ячеистую морфологию (рис. 1, б, в). При скорости направленной кристаллизации  $R = 20$  мм/мин реализуется дендритная структура. Характерный размер ячеек ( $\lambda$ ), в зависимости от скорости охлаждения, описывается соотношением Бруди – Флемингса [11]:

$$\lambda = A (G \cdot R)^{-n},$$

где  $A$  и  $n$  – постоянные.

\*\* По материалам X Международной специализированной выставки-конференции «Литье-2014» (27-29 мая, г. Запорожье)

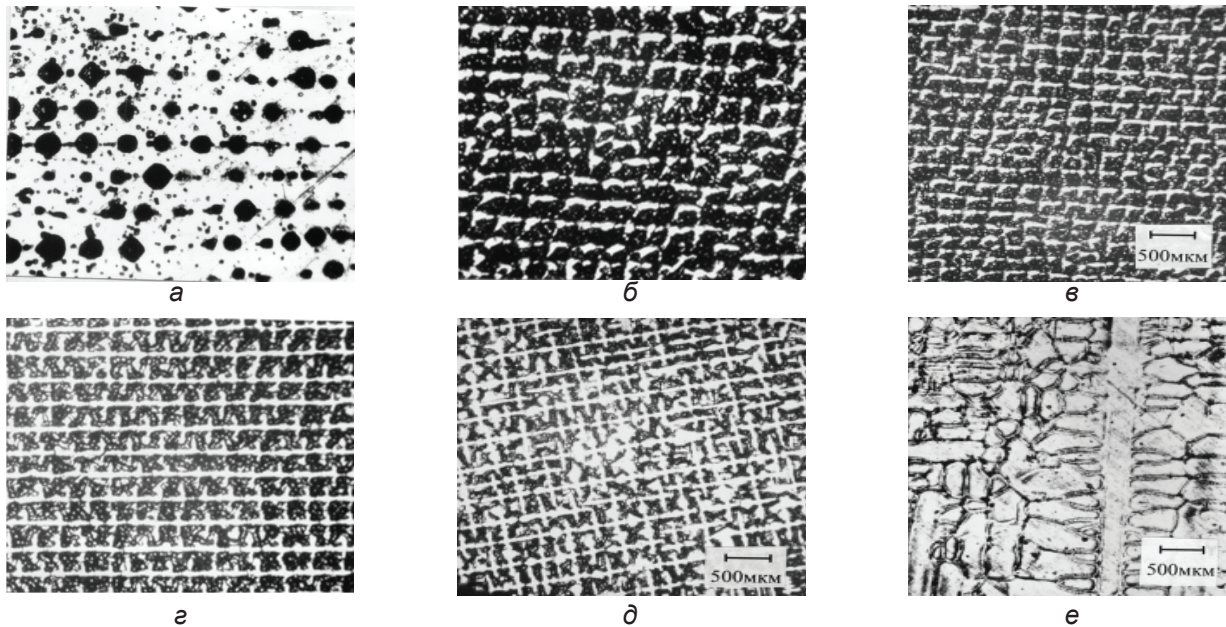


Рис. 1. Микроструктура монокристаллов сплава НВ-4, закристаллизованного с различными скоростями,  $R$  (мм/мин): 0,4 (а); 1,2 (б); 2,6 (в); 4 (г); 10 (д); 10 (е) (по технологии АО «Мотор-Сич»); 20 (ж)

Результаты измерения параметров ячеек представлены в таблице. Зависимость параметра ячейки от скорости охлаждения представлена графически на рис. 2 в логарифмическом масштабе. Определенные из графика значения постоянных  $A = 420$ ,  $n = -0,22$  для сплава НВ-4 меньше, чем значения  $A$  и  $n$  для междендритных расстояний, приведенных в [11], соответственно  $A = 680$  и  $n = -0,32$ . Учитывая, что величина  $G$  в наших экспериментах практически постоянная, расстояние между ячейками  $\lambda \sim R^{0,22}$ . Таким образом, показатель степени близок  $n = -0,25$ , теоретически полученных в моделях типа Ханта и Курца-Фишера [12].

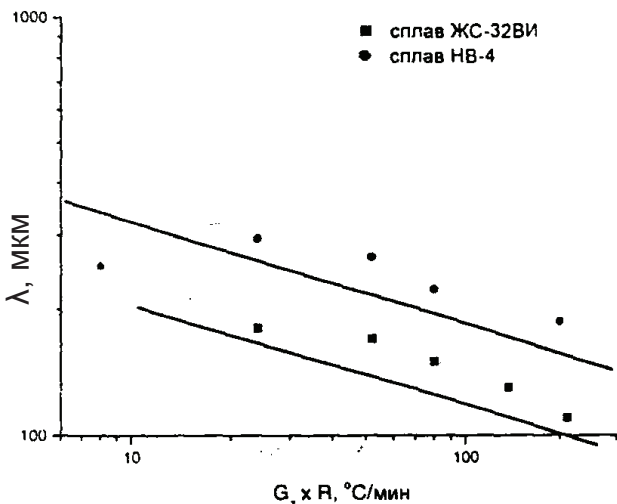


Рис. 2. Зависимость параметров ячейки  $\lambda$  от скорости охлаждения  $G \cdot R$  для сплавов НВ-4 и ЖС32-ВИ

Из протравленной микроструктуры продольных шлифов (рис. 3) определяли высоту межячеистых впадин в зависимости от скорости направленной кристаллизации. С увеличением скорости направленной кристаллизации от 0,4 до 4 мм/мин значение  $H$  растет

линейно от 0,3 до 2,8 мм/мин, соответственно (см. таблицу). При этом амплитуда ячеистых выступов  $H/\lambda$  тоже монотонно увеличивается от 1,2 до 12,4.

Макроскопическая форма фронта кристаллизации зависит от соотношения осевой и радиальной составляющей температурного градиента  $G_z/G_r$ . На продольных шлифах монокристаллов (рис. 4) можно наблюдать изменение формы огибающей фронта кристаллизации с ростом  $R$ . Для низких скоростей  $R = 0,4$  и 1,2 мм/мин огибающая имела почти плоскую форму.

При средних скоростях  $R = 2,6$  и 4,0 мм/мин огибающая фронта кристаллизации имела выпуклую форму. При повышенных скоростях  $R = 10$  мм/мин и 20 мм/мин огибающая фронта кристаллизации опять была плоской. Выпуклость фронта кристаллизации устраняет образование встречных фронтов и понижает вероятность образования структурных дефектов [14, 15].

Анализ микроструктур сплава ЖС32-ВИ [6, 16] показал, что объемная доля карбидов была заметно ниже в металле, закристаллизованном с малыми скоростями. Возможно, это связано с уменьшением концентрации углерода в расплаве при взаимодействии его с материалом формы. С уменьшением скорости направленной кристаллизации время нахождения расплава в горячей зоне, а, следовательно, и время взаимодействия расплава с керамической формой увеличивается. Так, для  $R = 1,2$  мм/мин процесс направленной кристаллизации длился в течение  $\sim 3$  часов. Увеличение скорости кристаллизации за счет повышения теплоотвода ( $G$ ) от сплава ЖС32-ВИ приводило к формированию более тонкой дендритной микроструктуры, к более дисперсным включениям в междендритных пространствах (рис. 5).

Механическими испытаниями установили, что предел прочности исследуемых образцов при комнатной температуре практически не зависит от скорости кристаллизации и достигал значений  $\sigma_b = 1263$  МПа.



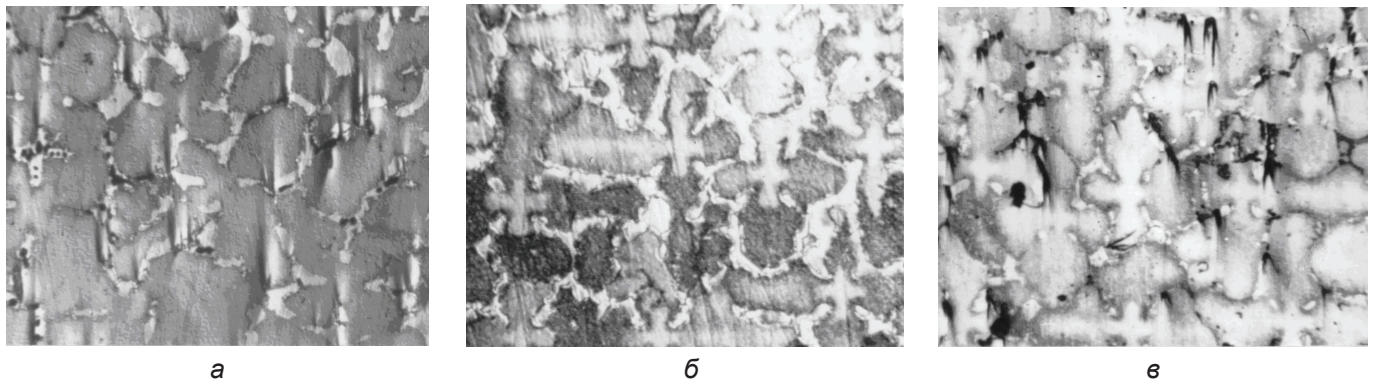


Рис. 3. Микроструктура фронта кристаллизации монокристаллов сплава ЖС32-ВИ,  $R$  (мм/мин): 1,2 (а); 4,0 (б); 10 (в), X100

**Структурные параметры и механические свойства монокристаллов сплава НВ-4, выращенных с различными скоростями направленной кристаллизации**

Скорость направленной кристаллизации $R$ , мм/мин	Параметр ячейки $\lambda$ , мкм	Высота межячейковых впадин $H$ , мм	Амплитуда ячейковых выступов $H/\lambda$	Параметр кристаллической решетки $a$ , нм	Расчетная концентрация $W$ в сплаве, % (расчет по данным [13])	Микротвердость $H_{\mu}$ , МПа	Твердость по Бринеллю, МПа
0,4	253/ –	0,3	1,2	35,815	31,65	2650	1608
1,2	294/180*	1,1	3,8	35,809	31,80	2550	1480
2,6	266/170	2,0	7,7	35,806	31,30	2450	1370
4,0	223/150	2,8	12,4	35,804	31,25	2370	1370
10,0	186/110	–	–	35,842	32,65	2550	1420
20,0	–	–	–	35,841	32,65	2550	1608

\* числитель – параметр ячейки сплава НВ-4; знаменатель – параметр ячейки сплава ЖС32-ВИ

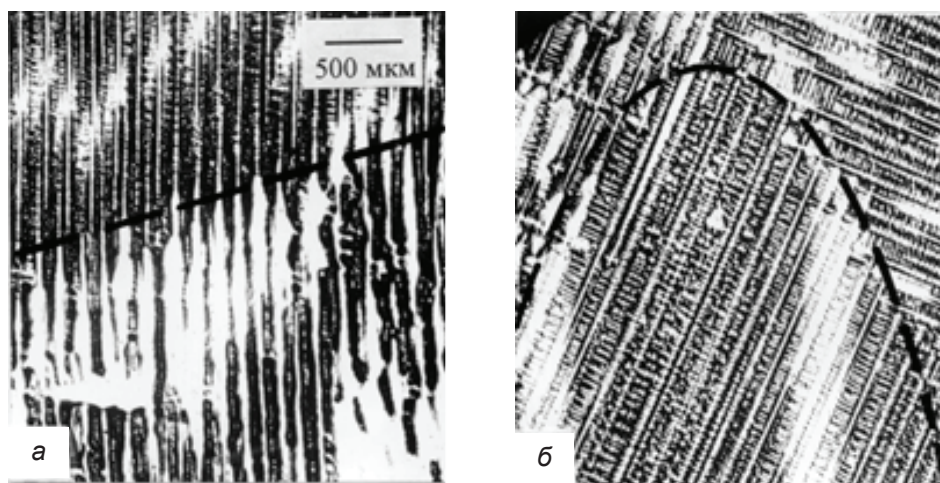
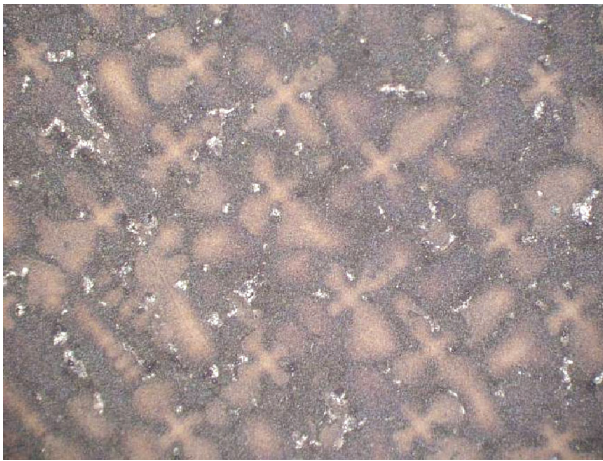


Рис. 4. Микроструктура декантированных участков монокристаллов сплава НВ-4 (пунктирной линией показана огибающая фронта кристаллизации),  $R$  (мм/мин): 1,2 (а); 4,0 (б)

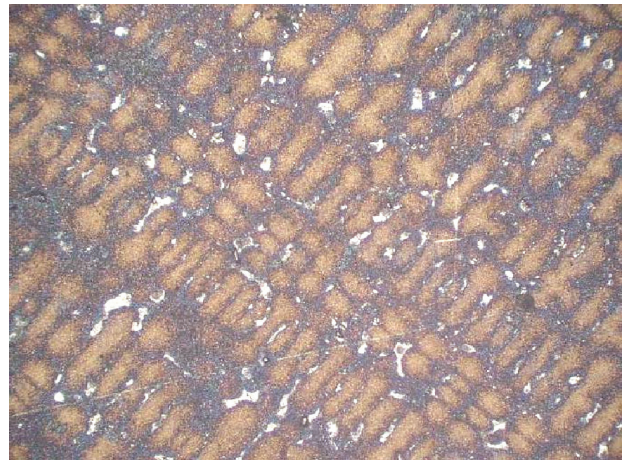
Удлинение было на уровне ~6-9 % до термообработки и 8-13 % после термообработки. При скорости кристаллизации  $R = 10$  мм/мин длительная прочность ( $t_{исп.} = 1000$  °С, напряжение  $s = 280$  МПа) образцов находилось в пределах 50-54 ч, что выше стандартных требований (40 ч). В то же время, образцы, закристаллизованные при  $R = 1,2-6,7$  мм/мин, показали время до разрушения 34-47 ч, что связано, по-видимому, с усиленным взаимодействием расплава с керамической формой. Таким образом, механические испытания подтвердили вывод, что скорость кристаллизации сплава ЖС32-ВИ должна быть не меньше 10 мм/мин.

**Выводы**

Установлено, что повышенные скорости кристаллизации обеспечивают формирование плоского фронта кристаллизации. Это позволяет снизить вероятность образования структурных дефектов и повысить трещиностойкость и другие свойства отливок. Подтверждено, что скорость направленной кристаллизации сплава ЖС32-ВИ должна быть не меньше 10 мм/мин.

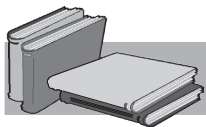


а



б

Рис. 5. Микроструктура гомогенизированного сплава ЖС32-ВИ, закристаллизованного со скоростью  $R = 10$  мм/мин,  $G$  (град/мин): 10 (а); 20 град/мин (б), X200



## ЛИТЕРАТУРА

1. Ефимов В. А. Разливка и кристаллизация стали / В. А. Ефимов. – М.: Металлургия, 1976. – 552 с.
2. Специальные способы литья: Справочник / В. А. Ефимов, Г. А. Анисович, В. Н. Бабич и др. / Под общ. ред. В. А. Ефимова. – М.: Машиностроение, 1991. – 736 с.
3. Ефимов В. А. Физические методы воздействия на процессы затвердевания сплавов / В. А. Ефимов, А. С. Эльдарханов. – М.: Металлургия. – 272 с.
4. Жаропрочность литейных сплавов и защита от их окисления / Под ред. Б. Е. Патона. – Киев: Наукова думка, 1987. – 256 с.
5. Микроструктура и свойства монокристаллов никелевого сплава НВ-4. Влияние условий кристаллизации на структуру и свойства / В. М. Ажажа, Г. П. Ковтун, А. Н. Ладыгин и др. // Металлофизические новейшие технологии, 2002. – Т. 24. – № 11. – С. 1525-1536.
6. Роль теплофизических условий в процессе формирования структуры при направленной кристаллизации жаропрочных сплавов на никелевой основе / В. М. Ажажа, В. Я. Свердлов, А. Н. Ладыгин и др. // Вопросы атомной науки и техники – 2004. – № 6. – Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (14). – С. 128-135.
7. Влияние условий кристаллизации на макроскопический фронт кристаллизации и структурное совершенство монокристаллов Ni-сплавов / В. М. Ажажа, В. Я. Свердлов, А. А. Кондратов и др. // Вестник ХНУ. – 2007. – № 781. Вып. 3(35). – С. 73-80.
8. Барабаш О. М. Стабильность плоского фронта кристаллизации сплавов системы Ni-W. I. В окрестности точки конгруэнтного плавления Ni 15% ат. W / О. М. Барабаш, В. З. Войнаш // Металлофизические новейшие технологии, 2000. – Т. 22. – № 2. – С. 94-98.
9. Барабаш О. М. Область восходящего ликвидуса / О. М. Барабаш, В. З. Войнаш // Металлофизические новейшие технологии, 2000. – Т. 22. – № 3. – С. 100-102.
10. Современная кристаллография. Образование кристаллов / А. А. Чернов, Е. И. Гиваргизов, Х. С. Богдасаров и др. М.: Наука, 1980. – 3408 с.
11. Технология создания неразъемных соединений при производстве газотурбинных двигателей / Ю. С. Елисеев, С. Б. Масленков, В. А. Гейкин, В. А. Поклад. Под общ. ред. С. Б. Масленкова. – М.: Наука и технологии, 2001. – 544 с.
12. Эллиот Р. Управление эвтектическим затвердеванием / Р. Эллиот. – М.: Металлургия, 1987. – 352 с.
13. Барабаш О. М. Структура и свойства металлов и сплавов. Кристаллическая структура металлов и сплавов. Справочник / О. М. Барабаш, Ю. Н. Коваль – К.: Наукова думка, 1986. – 387 с.
14. Засимчук Н. К. Комментарии к статьям О.М. Барабаша, В.З. Войнича «Стабильность плоского фронта кристаллизации сплавов системы Ni-W I – II» // Металлофизика и новейшие технологии, 2000. – Т. 22. – № 3. – С. 103-104.
15. Засимчук Н. К. Физические условия достижения оптимальной структуры монокристаллов разбавленных металлических сплавов, выращиваемых из расплава / Н. К. Засимчук // Металлофизика и новейшие технологии, 2001. – Т. 23. – № 3. – С. 293-323.
16. Влияние условий кристаллизации на структуру и механические свойства никелевого сплава ЖС32-ВИ / В. М. Ажажа, Ю. В. Горбенко, П. Д. Жеманюк, В. В. Ключихин // Жаропрочные сплавы направленной кристаллизации. ОТТОМ-3, раздел II. – Харьков: ННЦ ХФТИ, ИПЦ «Контраст», 2002 – С. 39-42.



## Анотація

Клочихін В. В., Жеманюк П. Д., Цівірко Е. І., Наумік В. В.

Вплив температурного градієнта на фронті кристалізації на структуру жароміцних нікелевих сплавів ЖС32-ВІ та НВ-4

Вивчено вплив величини температурного градієнта на фронт кристалізації та структуру нікелевих сплавів. Встановлено, що підвищені швидкості кристалізації забезпечують формування плоского фронту кристалізації. Це дозволяє знизити ймовірність утворення структурних дефектів і підвищити тріщиностійкість та інші властивості виливків. Підтверджено, що швидкість спрямованої кристалізації сплаву ЖС32-ВІ повинна бути не меншою за 10 мм/хв.

## Ключові слова

температурний градієнт, фронт кристалізації, спрямована кристалізація, структура, монокристал, параметр комірки, структурний дефект, механічні випробування

## Summary

Klochikhin V. V., Zhemaniuk P. P., Tsvirko E. I., Naumik V. V.

The effect of temperature gradient on the front of crystallization and structure of nickel alloys

It is studied the effect of temperature gradient on the front of crystallization and structure of nickel alloys. Was found that the increased velocity of crystallization ensure the formation of the plane front of crystallization. This reduces probability of structural defects formation and improves crack resistance and other properties of the castings. It was confirmed that the rate of directional solidification of the HA32-VI alloy should not be less than 10 mm/min.

## Keywords

temperature gradient, solidification front, a directed crystallization, structure, single crystal cell parameter, structural defect, mechanical testing

Поступила 26.03.14

Телефон редакції журналів  
«Металл и литье Украины» и «Процессы литья»  
**(044) 424-04-10**

Інформація о журналах на сайті:

**[www.ptima.kiev.ua](http://www.ptima.kiev.ua)**